UNIVERSITÉ D'AIX-MARSEILLE

FACULTÉ DES SCIENCES DE MARSEILLE

N° d'Ordre : 14

THÈSE

PRÉSENTÉE

A LA FACULTÉ DES SCIENCES DE MARSEILLE

POUR L'OBTENTION

DU TITRE DE DOCTEUR DE L'UNIVERSITÉ D'AIX-MARSEILLE

(Mention Sciences)

PAR

Georges IGOLEN

Ingénieur-Chimiste E. C. M.

Directeur Technique des Établissements A. CHIRIS

Contribution à l'Étude de la Composition Chimique de l'Essence de Lavandin

Soutenue le 29 Juin 1944, devant la Commission d'Examen

MM. L. MARGAILLAN, *Président.*
E. CALVET
P. CHOUX } *Examinateurs.*

GRASSE
Imprimerie B. ARNAUD
Avenue Maximin-Isnard

1944

IGOLEN (Georges)

Contribution à l'Etude de la Composition chimique de l'Essence de Lavandin.

Imprimerie B. Arnaud, Grasse, 1944, in 8°, 120 pages.

Thèse de doctorat ès sciences. Université Aix-Marseille, 1944, N° 14.

IGOLEN (Georges)

Contribution à l'Etude de la Composition chimique de l'Essence de Lavandin.

Imprimerie B. Arnaud, Grasse, 1944, in 8°, 120 pages.

Thèse de doctorat ès sciences. Université Aix-Marseille, 1944, N° 14.

IGOLEN (Georges)

Contribution à l'Etude de la Composition chimique de l'Essence de Lavandin.

Imprimerie B. Arnaud, Grasse, 1944, in 8°, 120 pages.

Thèse de doctorat ès sciences. Université Aix-Marseille, 1944, N° 14.

IGOLEN (Georges)

Contribution à l'Etude de la Composition chimique de l'Essence de Lavandin.

Imprimerie B. Arnaud, Grasse, 1944, in 8°, 120 pages.

Thèse de doctorat ès sciences. Université Aix-Marseille, 1944, N° 14.

IGOLEN (Georges)

Contribution à l'Etude de la Composition chimique de l'Essence de Lavandin.

Imprimerie B. Arnaud, Grasse, 1914, in 8°, 120 pages.

Thèse de doctorat ès sciences. Université Aix-Marseille, 1914, N° 14.

IGOLEN (Georges)

Contribution à l'Etude de la Composition chimique de l'Essence de Lavandin.

Imprimerie B. Arnaud, Grasse, 1914, in 8°, 120 pages.

Thèse de doctorat ès sciences. Université Aix-Marseille, 1914, N° 14.

IGOLEN (Georges)

Contribution à l'Etude de la Composition chimique de l'Essence de Lavandin.

Imprimerie B. Arnaud, Grasse, 1914, in 8°, 120 pages.

Thèse de doctorat ès sciences. Université Aix-Marseille, 1914, N° 14.

IGOLEN (Georges)

Contribution à l'Etude de la Composition chimique de l'Essence de Lavandin.

Imprimerie B. Arnaud, Grasse, 1914, in 8°, 120 pages.

Thèse de doctorat ès sciences. Université Aix-Marseille, 1914, N° 14.

UNIVERSITÉ D'AIX-MARSEILLE

FACULTÉ DES SCIENCES DE MARSEILLE

N° d'Ordre : 14

THÈSE

PRÉSENTÉE

A LA FACULTÉ DES SCIENCES DE MARSEILLE

POUR L'OBTENTION

DU TITRE DE DOCTEUR DE L'UNIVERSITÉ
D'AIX-MARSEILLE
(Mention Sciences)

PAR

Georges IGOLEN
Ingénieur-Chimiste E. C. M.
Directeur Technique des Établissements A. CHIRIS

Contribution à l'Étude de la Composition Chimique de l'Essence de Lavandin

Soutenue le 29 Juin 1944, devant la Commission d'Examen

MM. L. MARGAILLAN, *Président.*
E. CALVET
P. CHOUX } *Examinateurs.*

GRASSE
Imprimerie B. ARNAUD
Avenue Maximin-Isnard

1944

R. UNIV. BIBLIOTHEEK

UNIVERSITÉ D'AIX-MARSEILLE

FACULTÉ DES SCIENCES DE MARSEILLE

Mort au Champ d'Honneur

M. Fr. MARTY
Maître de Conférences de Mathématiques
(14 Juin 1940)

Doyen et Professeur Honoraire

M. MARCHAUD

Professeurs Honoraires

MM. M. CAULLERY, CH. FABRY, E. FABRY, J. PERES, J. COTTE, H. BIERRY.

Doyen : M. G. CORROY

Assesseur : M. A. TIAN — **Secrétaire :** M. A. CASTELLA

Professeurs

MM.	P. SEVE	Physique industrielle
	A. TIAN	Chimie générale
	M. KOLLMANN	Zoologie générale
	J. BOSLER	Astronomie
	E. TRAYNARD	Calcul différentiel et intégral
	L. MARGAILLAN	Chimie industrielle
	G. CORROY	Géologie et Minéralogie
	P. CHOUX	Botanique générale.
	E. RAYMOND	Chimie P.C.B.
	R. THIRY	Mécanique rationnelle et Mécanique des fluides
	G. PETIT	Biologie animale
	H. PRAT	Biologie végétale
	P. ROUARD	Physique générale
	N.	Physiologie
	N.	Agronomie coloniale

Chargés de Cours

M.	G. MORIN	Physiologie

Maîtres de Conférences

MM.	C. JAUSSERAN	Physique P.C.B.
	M. PAILLOUX	Mathématiques
	L. SACKMANN	Mécanique des fluides
	P. DESNUELLE	Chimie biologique et Corps gras

Chargés de Conférences

MM.	C^{t} ROUCH	Océanographie
	J. ROCHE	Chimie biologique
	N.	Géographie physique et Géologie appliquée
	E. CALVET	Chimie
	J. TIMON-DAVID	Zoologie agricole
	A. FAVRE	Météorologie
	G. MALCUIT	Botanique appliquée

Maîtres de Conférences Honoraires

MM. E. MEISSONNIER, L. LAURENT, H. BIMAR, D. RICARD.

A Monsieur Georges CHIRIS

A Monsieur Léon CHIRIS

en témoignage de ma profonde reconnaissance et de mon respectueux dévouement.

Digitized by the Internet Archive
in 2026

https://archive.org/details/IA41547003_0053

A Monsieur L. MARGAILLAN
Professeur de Chimie Industrielle
Directeur de l'Institut Technique Supérieur

en témoignage de ma
respectueuse gratitude.

A MES PARENTS

A MA FEMME

Témoignage d'affection.

Contribution à l'Étude

de la

Composition Chimique

de

l'Essence de Lavandin

Introduction

Il n'existe pas, dans l'industrie des matières premières aromatiques françaises, une huile essentielle aussi importante que l'essence de Lavandin. Elle est pourtant très récente, puisqu'elle est apparue sur le marché commercial il y a une vingtaine d'années seulement. Son importance est devenue telle que, au point de vue tonnage, elle arrive de loin en tête de la production des huiles essentielles françaises.

Aussi était-il extrêmement curieux de constater que, à part une thèse de pharmacie, une thèse de botanique et quelques études éparses dans des revues professionnelles spécialisées, aucune étude d'ensemble n'avait été faite jusqu'à maintenant sur un sujet aussi important. Nous nous sommes donc efforcés, dans le présent travail, de montrer l'intérêt botanique, commercial et scientifique du Lavandin et de son essence.

Au point de vue botanique, nous avons montré rapidement quelles sont les différences morphologiques qui existent entre les deux parents du Lavandin, l'Aspic et la Lavande, et comment les distillateurs avaient été amenés d'abord à le distiller séparément, puis ensuite à le cultiver. Nous avons ensuite consacré un chapitre à la culture industrielle du Lavandin ; nous avons décrit sa récolte, sa distillation et avons étudié le tonnage et les cours annuels. Nous avons étudié les normes analytiques de l'essence de Lavandin et les avons comparées avec celles de l'essence de Lavande qu'elle sert malheureusement souvent à frauder. Enfin, dans la partie principale de ce travail, nous avons étudié la constitution chimique de l'essence de Lavandin. Nous avons, à l'occasion de l'identification de chaque constituant, examiné si ce constituant ou un constituant analogue existait dans les essences d'Aspic et de Lavande, dont de savants chercheurs ont depuis longtemps élucidé la constitution chimique. Nous avons montré quelles étaient les différences fondamentales, au point de vue de leur composition, de ces trois essences que le grand public confond bien souvent.

Et nous nous estimerions satisfaits si ce modeste travail était un hommage aux pionniers du Lavandin, "hérisson végétal de la montagne", qui pendant la période troublée de l'autarchie que nous venons de vivre, a couvert de richesse certaines régions de notre Provence.

PREMIÈRE PARTIE

Étude Botanique du Lavandin

Sommaire

Le genre Lavandula
Historique du Lavandin
Caractères Morphologiques
Hybridation Expérimentale

PREMIÈRE PARTIE

Étude Botanique du Lavandin

Le genre Lavandula

Le genre *Lavandula* est formé d'un certain nombre d'espèces (l'Index Kewensis et ses suppléments en signalent vingt-neuf). En ce qui concerne la flore française, on trouve seulement 3 espèces :

Lavandula officinalis Chaix ;
Lavandula Spica DC ;
Lavandula Stoechas Lin.

On peut y ajouter la variété dite pyrénaica D.C., qui est probablement une modification morphologique de la lavande vraie, due à des influences locales, et dont les différences sont toutefois minimes.

La lavande vraie (*Lavandula officinalis* Chaix, *Lavandula vulgaris* Lamarck, *Lavandula vera* DC, *Lavandula Spica* L. part.) est très répandue dans le Sud-Est de la France, sur les côteaux arides ayant une altitude de 700 à 1200 mètres. Les départements grands producteurs sont la Drôme, le Vaucluse, les Basses-Alpes, les Hautes-Alpes, les Alpes-Maritimes, le Var. On la rencontre aussi dans les Cévennes, dans le Jura, dans les Pyrénées.

Le botaniste lyonnais Jordan (1) distinguait 2 sortes de lavande vraie, la delphinensis et la fragrans, à aspects nettement distincts. La variété fragrans porte des rameaux plus grêles et plus nombreux que la variété delphinensis ; ses feuilles sont plus grandes et plus plates. Dans la variété delphinensis les feuilles sont vertes, étroites, enroulées ; les calices sont plus violets, les rameaux sont courts et rigides. L'essence distillée à partir de fragrans serait plus fine, plus odorante ; par contre, l'essence de delphinensis aurait un titre en esters beaucoup plus élevé. Toutefois, ces différences ne sont pas fondamentales; elles ne sont pas suffisantes pour former des variétés distinctes et il s'agit simplement d'une adaptation au milieu. Le type delphinensis est celui des sols froids et humides des versants nord des montagnes, des "Hubac" ; le type fragrans pousse dans les lieux plus chauds, plus ensoleillés des flancs sud, dans les sols plus secs. Ce serait en définitive un type xérophyle.

L'Aspic (*Lavandula Spica* DC, *Lavandula latifolia* Vill.) est encore appelé lavande à larges feuilles, ou lavande femelle. On le trouve dans tout le Midi, à une altitude allant de 0 à 1000 mètres. On le rencontre également dans l'Aveyron, la Dordogne, etc. C'est un sous-arbrisseau

de 40 à 80 centimètres de hauteur, à tiges ligneuses, courtes. Chaque tige florale est ramifiée ; les feuilles sont blanches, tomenteuses. Les fleurs violettes sont disposées en épis, portés par des tiges florales ayant 50 à 60 centimètres de hauteur ; elles possèdent une forte odeur camphrée. L'aspic fleurit en septembre, souvent en août, en Provence, beaucoup plus tard que la lavande.

La lavande Stoechas (*Lavandula Stoechas* Lin.) croît abondamment dans les terrains siliceux du littoral méditerranéen, et notamment dans les îles d'Hyères (îles Stoechades). On la trouve jusque dans la Drôme, la Dordogne, l'Aveyron, etc. Ses magnifiques fleurs violettes donnent, avec un très faible rendement, une huile essentielle à odeur grossière, camphrée, sans intérêt commercial, et qui n'est pas utilisée.

La lavande et l'aspic sont les parents du lavandin, ou lavande, bâtarde. Cet hybride est appelé par les botanistes "*Lavandula Burnati* Briquet, *Lavandula hybrida* Reverchon" ou mieux encore "*Lavandula fragrans X latifolia* Chatenier".

Historique

On rencontre très souvent dans les peuplements de lavandes sauvages des diverses régions productrices de la Provence et du Dauphiné des individus botaniques nettement plus développés que la lavande et dont tous les caractères morphologiques sont intermédiaires entre ceux des deux parents, la lavande et l'aspic. Les distillateurs désignaient ces individus sous le nom de lavande bâtarde, grande lavande, grosse lavande, en Provence, et de " badasso " (ouvrir la bouche) en Dauphiné (2). Ces différents noms lui étaient donnés à cause de ses proportions beaucoup plus développées que celles des plants de lavande véritable ou d'aspic, près desquels il vivaient.

Les premiers lavandins furent signalés par les botanistes à la fin du siècle dernier (3). Il leur fut donné des noms divers, mais leur étude systématique ne fut pas entreprise. De même, à notre connaissance, l'obtention d'huile essentielle à partir d'une espèce botanique définie ne fut pas essayée.

En 1875, Albert avait nommé un hybride *Lavandula Spica latifolia* ; cette forme fut d'ailleurs niée par Briquet. Ce dernier appela *Lavandula Burnati* un plant trouvé dans la vallée de la Tinée. En 1888, M. F. Hy nomma *Lavandula hortensis* une variété poussant dans les jardins d'Angers et des environs. En 1889, Mallho dénomma un hybride de lavande pyrénéenne *Lavandula Aurigerana*. Sennem, en 1897, décrivit un hybride qu'il nomma *Lavandula latifolia pyrenaica* Sennem (*Lavandula Sennemi* Foucaud), trouvé dans les Pyrénées Orientales. En 1913, l'abbé Coste donna le nom de *Lavandula Burnati* var. Fourassi à un hybride de l'Aveyron.

Il semble que c'est Birckenstock (4) qui le premier a montré que le lavandin était un individu nettement défini. En effet, dans son étude sur la composition chimique des huiles essentielles des labiées — à propos de la théorie des éthers de Schimmel rapportant qu'une essence

de lavande titrait moins de 30% en acétate de linalyle — il montre qu'il existe des essences de lavande du groupe italien, fortement lévogyres, et ne renfermant que de 20 à 30% d'acétate de linalyle. Il montre en outre qu'il existe des essences à faible teneur en esters, à pouvoir rotatoire faible, avoisinant 0°, et ne résultant pas du coupage de l'essence de lavande par l'essence d'aspic. Il s'agit "d'essence pure obtenue de la distillation de plantes hybrides entre lavande et aspic, ces deux labiées s'hybridant facilement suivant les conditions d'habitat, parmi lesquelles l'altitude est surtout prépondérante".

Les distillateurs avaient constaté empiriquement que lorsque les lavandes descendent suivant les contrées à une altitude inférieure à 800 mètres, elle dégénère en " s'aspiquant ". Ils désignaient sous le nom de lavandin ou "spigoure" les hybrides intermédiaires ainsi rencontrés.

Birckenstock a pu étudier suivant les contrées 6 groupements d'aspic : Ardèche, Drôme, Hérault, Gard, Basses-Alpes, Alpes-Maritimes et Var. Le type Ardèche s'éloignait le plus de la lavande ; le type Var s'en rapprochait le plus. Dans ces groupements le pouvoir rotatoire diminue, devient nul, puis négatif, tandis que les teneurs en alcools et en esters augmentent. Cette dernière atteint couramment 17%, 23% et même exceptionnellement 30%.

En 1909, L. Lamothe (5) signale que peu à peu la lavande fine disparaît, et que seule la grande lavande ou lavande bâtarde (*Lavandula latifolia X fragrans* Chatenier) se défend par sa vigueur naturelle. Il fait même remarquer qu'elle est plutôt envahissante.

En 1912, le même auteur (6) donne une description exacte du lavandin et signale qu'il n'a pu, après avoir battu des épis secs, obtenir des semences. Par contre, en semant des graines de lavande au voisinage de plants d'aspic, il obtient des plants de lavandin. Il signale également que la floraison du lavandin est en retard de 2 semaines sur celle de la lavande.

En 1917, R.M. Gattefossé et L. Lamothe (7), dans leur ouvrage "Culture et Industrie des plantes aromatiques et des plantes médicinales de montagne", indiquent que probablement l'hybridation provient des abeilles butineuses.

Humbert, dans son rapport (8) "Mission d'études sur la lavande", indique que l'hybride lavandin est stérile, plus vigoureux que ses deux parents et qu'il est connu depuis longtemps par les distillateurs à cause de son essence beaucoup moins appréciée. On le rencontre abondamment dans les régions où la lavande vraie descend jusqu'à 400/600 m. d'altitude et où l'aspic remonte à cette même altitude. L'hybridation serait due à la pollinisation indirecte soit par le vent, soit surtout par les insectes.

Dans un article sur les lavandes françaises et leurs hybrides, Jean Gattefossé (9) indique que dans la partie méridionale des départements des Basses-Alpes et de la Drôme, l'hybride le plus important est celui où dominent les caractères de l'aspic.

En 1922, F. Fondard a précisé, dans une thèse remarquable sur les "Recherches morphologiques et biologiques sur les lavandes", les points de rapprochement entre le lavandin et ses deux parents (10) : il montre que les hybrides ressemblent plutôt à la lavande vraie. Il estime qu'un facteur distinctif très important entre la lavande et le lavandin est la finesse de la bractée ; elle est rugueuse, à nervures épaisses chez le lavandin. Etudiant les fruits d'hybrides, il montre que le lavandin n'est pas stérile et produit des graines. Contrairement à cette affirmation, nous ne pensons pas que le lavandin donne des graines et nous sommes persuadés que Fondard a dû confondre une lavande très vigoureuse avec un lavandin (bien que le caractère de bractées suivies de bractéoles montre nettement le type lavandin et ne paraît pas laisser de doute).

Il estime que les lavandes italiennes "se comportent comme des hybridmutations descendant d'un lavandin naturel fertile qui aurait perdu son camphre". Enfin, d'après lui, la lavande anglaise "paraît être le résultat soit d'une mutation naturelle (disparition du camphre), soit d'une mutation du milieu (climat humide) aidée par la sélection dans laquelle le bouturage a certainement joué un grand rôle" (cette hypothèse, après étude sur place des lavanderaies anglaises, est d'ailleurs la nôtre).

Vers la même époque, dans une thèse sur le lavandin et son essence (11), L. Giraud montre que les deux espèces de lavande communes en France, lorsqu'elles sont en contact, se fécondent facilement et fournissent une série d'hybrides stériles auxquels on a donné le nom générique de lavandins ; il existe de nombreuses formes se rapprochant plus ou moins de celles des deux parents : lavandins à port de lavande, et lavandins à port d'aspic. Il désigne ces hybrides sous le nom collectif de *Lavandula hybrida* Reverchon.

La réalisation expérimentale de l'hybride entre l'aspic et la lavande fut réalisée en 1926 par les Services Agricoles des Etablissements Antoine Chiris (12), en fécondant l'aspic par le pollen de la lavande.

En 1927, R.M.G. indique qu'il y a deux catégories à distinguer dans les lavandins (13). Certaines plantes se rapprocheraient de la lavande par leurs rameaux florifères simples, avec toutefois une inflorescence moins importante, plus étroite, possédant un calice d'un vert plus tendre. D'autres plantes se rapprocheraient de l'aspic par leurs rameaux ramifiés, à inflorescences plus grosses, les calices ayant un tomentum plus étalé.

L'auteur désigne ces hybrides sous le nom de *Lavandula Burnati* Briquet, *Lavandula hybrida* Reverchon, *Lavandula fragrans Latifolia* Chatenier.

En 1927, les services agricoles des Etablissements Antoine Chiris indiquent qu'ils n'ont pas pu féconder la lavande par le pollen de l'aspic, mais ne jugent pas la chose impossible (14).

Enfin, en 1931, apparaissent les premiers lavandins à haut titrage,

lavandins "révolutionnaires" sur lesquels nous aurons l'occasion de revenir plus tard (15), (16), (17).

Depuis cette époque, il semble que peu d'études aient été faites sur le lavandin. Les producteurs se sont bornés à multiplier les plants fournissant une essence à odeur peu camphrée, à teneur maximum en acétate de linalyle, et possédant une vigueur suffisante.

Caractères Morphologiques

Le lavandin est une plante vigoureuse, puissante, qui peut atteindre un développement extraordinaire ; nous avons observé couramment des plants ayant une circonférence de plus de 5 mètres et portant plus de 1000 épis (figure I).

Les caractères morphologiques du lavandin sont intermédiaires entre ceux des deux parents, tout en se rapprochant plus, d'après Fondard (10), de ceux de la lavande. Sous-arbrisseau de 40 à 90 centimètres de hauteur, la plupart de ses branches principales, chez les plantes âgées, partent de différents points assez élevés de la souche. Ces diverses ramifications paraissent arriver à la même distance du pied, à tel point que la plante, fleurie ou non, emprunte la forme d'une demi-sphère.

Les hampes florifères quadrangulaires sont généralement rigides et forment de multiples rayons autour du pied. Les hampes florales sont trifurquées dans les 2/3 des cas ; il s'agit là d'un caractère spécifique. Lorsque le sol est très fertile, les hampes simples peuvent devenir trifurquées. Les tiges, ligneuses et feuillées, ont une section qui se rapproche de celle de la lavande ; la moëlle est persistante et lignifiée.

L'épi principal est formé de verticilles de fleurs en nombre variable, allant de 6 à 20 ; chaque glomérule contient 12 à 15 fleurs. Il se termine la plupart du temps en pointe, c'est-à-dire que les verticilles supérieurs ont beaucoup moins de fleurs (quelques-unes même sont parfois avortées). Les 2 épis secondaires se fixent presqu'à angle droit vers le 1/4 supérieur de l'épi principal, et partant du même point, sont beaucoup moins développés et ne comportent qu'un petit nombre de fleurs réparties sur quelques étages seulement. Les inflorescences peuvent atteindre 10 à 12 centimètres de longueur. On trouve parfois à l'aisselle de certaines feuilles des glomérules courtement pédonculés.

Le calice tubuleux, à 5 dents inégales, est recouvert d'un tomentum étalé, très court ; il est gris verdâtre. La corolle est à tube saillant un peu dilaté à la gorge, à 2 lèvres nettes ; la supérieure a 2 lobes et l'inférieure 3 lobes. Elle est bleu foncé, violet pâle.

Les 4 étamines sont insérées dans le tube de la corolle. En général, le pistil est apparent, mais l'ovaire avorte.

Les grains de pollen, qui sont très peu abondants et souvent inexistants, sont plus ou moins mal conformés, à contours plus ou moins elliptiques, munis de 6 sillons méridiens.

Les feuilles lancéolées, spatulées, d'un vert cendré, ont une nervure médiane très saillante ; elles ont les bords légèrement incurvés sur la

face inférieure. Elles portent des poils tecteurs abondants. Leurs faces sont garnies de duvet pendant l'hiver. Les feuilles sont naturellement opposées sur la tige ; elles ont 5 à 6 centimètres de longueur et 4 à 5 millimètres de large.

Les bractées séparant les verticilles (ou étages) de fleurs sont vertes, linéaires, membraneuses, de taille plus réduite que chez la lavande. Elles sont accompagnées de 2 bractéoles opposées, lancéolées, membraneuses, beaucoup moins importantes (figure II).

Hybridation Expérimentale

La réalisation expérimentale de l'hybride entre l'ASPIC et la LAVANDE fut réalisée pour la première fois par les Services Agricoles des Etablissements Antoine Chiris (12). Une preuve éclatante fut ainsi donnée de l'origine du lavandin :

« Dans le but de vérifier l'origine de cette plante, nous avons cher-
« ché à réaliser expérimentalement la fécondation illégitime des deux
« espèces : opération qui devait entraîner d'assez grosses difficultés,
« si on veut bien considérer la taille très réduite des fleurs et des organes
« sexuels dans le genre *lavandula*.

« La floraison plus tardive de l'ASPIC constituait également un
« sérieux obstacle à cette entreprise, et les essais tentés en vue d'avancer
« la floraison chez ASPIC ou de la retarder chez LAVANDE ne devaient
« nous donner que de maigres résultats, les fleurs obtenues dans ces
« conditions anormales étant le plus souvent incapables de mûrir
« leurs graines.

« Par contre, les jeunes plants de semis fournissent très facilement
« la première année chez la LAVANDE une floraison tardive qui a lieu
« au moment même où fleurit l'ASPIC.

« En 1923, nous sommes parvenus à réaliser la pollinisation d'une
« plante d'ASPIC, recueillie dans la région de Grasse, par une LAVANDE
« venant du plateau de Caussols et cultivée à Grasse depuis quelques
« années.

« Sur une douzaine de fleurs fécondées, nous n'avons obtenu que
« 4 graines qui germèrent en 1924 ; 3 devaient reproduire l'ASPIC, car
« les fleurs leur ayant donné naissance avaient sans doute été impar-
« faitement castrées, la quatrième nous reproduisait une plante que
« nous avons reconnue et vérifiée comme étant un lavandin.

« En 1924, un ASPIC "région" fut à nouveau pollinisé par une
« LAVANDE issue de graine récoltée dans la Lozère.

« De cette opération nous ne devions recueillir que deux graines
« dont l'une, provenant vraisemblablement de fleur mal castrée, re-
« produisait en 1925 la plante maternelle, la seconde donnant naissance
« à un nouveau lavandin.

« Il est à présumer qu'à l'état sauvage le lavandin s'obtient le
« plus souvent, sinon presque toujours, de la même façon : par polli-
« nisation d'ASPIC par LAVANDE.

Fig. 1. — Un beau plant de Lavandin.

« En effet, il arrive fréquemment que les sujets vigoureux de LA-« VANDE fournissent après la première récolte, une deuxième floraison « portant sur de rares épis de quelques verticilles de fleurs seulement, « l'épanouissement de ces fleurs tardives ayant lieu en même temps « que celles de l'ASPIC.

« Le transport du pollen de ces fleurs de LAVANDE sur le stigmate « des fleurs d'ASPIC doit être réalisé facilement par les nombreux in-« sectes qui affectionnent tout particulièrement ces deux labiées.

« Au contraire, l'inverse : transport de pollen d'aspic sur fleurs « tardives de LAVANDE n'aurait sans doute guère de résultat, car ces « fleurs présentent le plus souvent des organes femelles mal conformés « et ne peuvent dans la plupart des cas amener leurs ovaires à maturité.

« De plus, des semis échelonnés sur quelques années, de plusieurs « dizaines de kilos de graines de LAVANDE récoltées dans une région « où voisinent lavande et aspic ne nous ont jamais fourni le moindre « lavandin.

« En réalisant pendant plusieurs années l'opération inverse, c'est-« à-dire pollinisation de LAVANDE par ASPIC, en opérant soit sur « des fleurs de deuxième saison, soit sur celles venues tardivement « sur jeunes plantes de semis, nous n'avons jamais obtenu de graines « bien conformées.

« Notons en passant que les deux lavandins que nous avons obtenus « expérimentalement ne nous ont pas donné de graines, pas plus que « la majorité des autres hybrides de notre collection qui ont été récoltés « dans les milieux les plus variés.

« En 1922 cependant, des inflorescences séchées d'une trentaine « de lavandins recueillis sur les premiers plateaux avoisinant Grasse, « nous avions obtenu 3 graines, assez mal conformées et de coloris « plus pâles que chez ASPIC : elles ne nous donnèrent aucune ger-« mination.

« Enfin les essais de croisement dans l'un ou l'autre sens de l'hy-« bride par chacun de ses parents ne nous ont pas jusqu'ici donné de « résultats ».

Fig. II.

N° 1. — Lavande vraie (*Lavandula vera* D.C.).
N° 2. — Lavandin (à épis longs).
N° 3. — Lavandin (à épis courts).
N° 4. — Aspic (*Lavandula latifolia* Wild.).
N° 5. — Lavandin (Anomalie de l'inflorescence : Fleurs pédicellées).

DEUXIÈME PARTIE

Production de l'Essence de Lavandin

Sommaire

Historique
Culture
a) La pépinière
b) La plantation
c) L'entretien
d) Les maladies
e) L'habitat
Récolte
Distillation
Production
Prix
Usages

DEUXIÈME PARTIE

Production de l'Essence de Lavandin

Historique

Nous avons vu que pendant très longtemps le lavandin, ou grosse lavande, avait été confondu avec la lavande véritable. Il était pratiquement distillé avec cette dernière sans que ce mélange involontaire soit considéré comme une fraude. C'est ainsi que jusqu'en 1924/1925 on trouvait couramment dans le commerce des essences de lavande de qualité grossière, provenant de la distillation des deux plantes mélangées. Ces essences titraient de 25 à 35% d'acétate de linalyle.

Mais certains distillateurs avisés avaient remarqué la robustesse, la rusticité des plants de lavandin ainsi que leur rendement beaucoup plus élevé en huile essentielle par rapport à la lavande vraie. Dès 1924/1925, ils tentèrent la plantation industrielle ; nous pensons que la première plantation sérieuse fut faite en 1925 dans le Var, par le capitaine Viala.

L'essence produite alors régulièrement parut très intéressante aux industriels parfumeurs et fut demandée activement. Dès 1926, les plantations s'intensifièrent considérablement. H. Carles, de Grasse, créa dans le Gard une plantation de 30 hectares et les Établissements Chiris entreprirent, dans les Basses-Alpes, à Riez, des plantations de plusieurs dizaines d'hectares.

Cette culture atteint son apogée en 1942/1943 à la suite de la très forte demande en essence. En effet, le blocus amena la disparition progressive des grandes huiles essentielles d'importation à haute teneur en linalol et acétate de linalyle (essence de Bois de Rose Cayenne et Brésil, essence de Shiu, essence de Petitgrain Paraguay). L'industrie française fut obligée de s'intéresser de plus en plus à l'essence de lavandin, qui devint par suite de sa forte teneur en linalol et en acétate de linalyle le succédané obligatoire des essences étrangères qui venaient de disparaître. Elle fut utilisée directement par les parfumeurs et les savonniers en quantité beaucoup plus importante qu'auparavant, et surtout par les fabricants de produits synthétiques comme matière première de départ. Non seulement ces derniers en tirèrent du linalol et de l'acétate de linalyle, mais encore du citral, par oxydation dans certaines conditions et par suite des ionones, des méthylionones et même du nérol. Il peut constituer également une matière première de départ pour la fabrication du citronnellol, du citronnellal et de l'hydroxycitronnellal.

Culture

a) *La Pépinière.* — Les terres légères sableuses sont les meilleures ; elles permettent l'émission d'un chevelu abondant qui facilitera la reprise quand on mettra le plant en place. Les boutures sont effectuées du début mars au début d'avril au plus tard. Quand on fait les boutures trop tôt, les fortes gelées du printemps peuvent arracher les racines par l'effet mécanique du gel et du dégel ; quand on les fait trop tard, les plantes sont entrées en végétation et la reprise est plus problématique.

Les meilleures boutures sont celles que l'on prélève sur les plants de 3 à 5 ans ; le bois est alors bien constitué et les pieds sont en pleine vigueur. Les boutures prélevées sur de vieilles plantes donnent beaucoup de manquants.

La longueur d'une bouture doit être d'environ 20 cm. quand on fait la pépinière en grande culture. En jardinage, une bouture de 10 cm. de longueur serait insuffisante, mais elle est plus sujette alors aux effets désastreux de la sécheresse. C'est au moment de la poussée végétative, c'est-à-dire dans le courant de mai, que la bouture exige le plus d'eau pour favoriser l'émission des premières racines. Il faudrait donc arroser tous les 8 jours durant le mois d'avril, tous les 4 jours durant le mois de mai, tous les 8 jours en juin, puis tous les 15 jours en juillet et en août. Généralement en septembre les nuits deviennent fraîches et il est inutile d'arroser. L'engrais n'est pas utile à la pépinière, il pousse à la végétation, mais il retarde la "maturation" des tissus ligneux. On dispose les boutures en rangées écartées de 50 cm. elles sont écartées sur le rang de 10 cm. environ.

D'excellents résultats ont été obtenus en trempant les boutures dans des solutions très diluées d'hormones végétales (et notamment d'acide indol-β-acétique). Les phytohormones exercent une action favorable très nette sur la rapidité de l'émission du chevelu ; le pourcentage des plants racinés obtenus est augmenté de façon considérable (18).

b) *La Plantation.* — Elle a généralement lieu dans les sols non soumis aux arrosages. Les écartements les plus pratiques sont ceux de 1 m. 50 en carré. L'époque favorable va de la mi-novembre à la mi-février. Il vaut mieux planter avant la Noël sur les plateaux bien exposés et après la Noël dans les vallées et les bas-fonds. Il faut planter dans les sols bien propres après un labour d'au moins 30 à 40 cm. de profondeur. Après le labour, on passe la herse canadienne. On trace les rangées. Il faut planter assez profond les sujets racinés parce que le collet est sensible aux grandes gelées. Quand on dispose de plants trop faibles on en met 2 dans le même trou. En plantant, on supprime l'extrémité des plus longues racines et les rameaux trop développés. On ne peut commencer la plantation que lorsque les premières gelées sont venues ralentir le cours de la végétation, sinon les plantes en pleine sève souffriraient d'autant plus qu'il est pratiquement impossible de les arroser au moment où on les plante parce que cette opération

Fig. III. — a) Une plantation de trois ans.

exigerait une main d'œuvre considérable. Il faut 1 ou 2 binages à la main et autant aux instruments attelés. Les engrais ne sont pas utiles pendant la première végétation.

c) *L'entretien.* — Il ne faut jamais labourer les plantations de lavandin, les racines qui sont superficielles craignent les blessures et sont détruites par les instruments aratoires. Il faut effectuer au contraire des binages réitérés à l'aide de bineuses à cheval qui ne font que gratter la surface pour briser les canaux capillaires et diminuer ainsi les phénomènes d'évaporation. Il ne faut pas employer les engrais tardivement, la meilleure époque d'épandage allant du 15 novembre au 15 janvier. Afin d'éviter les brûlures, il ne faut pas mettre l'engrais au pied de la plante ; il est semé à la volée sur tout le terrain et enfoui par un binage. Il est recommandé d'éviter les engrais qui contiennent des impuretés nocives comme la cyanamide et le chlorure de potassium. L'azote est l'élément nutritif dominant du lavandin, cependant une fumure équilibrée contenant les principes nutritifs classiques est à conseiller à raison de 400 à 500 kgs de mélange à l'hectare.

d) *Les Maladies.* — Le pourridié est la maladie la plus à craindre. Il faut éviter de créer des plantations à l'emplacement d'amandiers morts, et plus généralement d'arbres morts. Le lavandin craint les bas-fonds humides et il n'est pas conseillé de le planter sur des terrains en ayant porté depuis peu.

Les chenilles peuvent enlever les 3/4 de la récolte. Les traitements les plus efficaces sont ceux à base de savon noir et de nicotine : ils sont très onéreux et difficiles à exécuter convenablement.

e) *L'Habitat.* — La culture du lavandin occupe en France à l'heure actuelle environ 5.000 hectares. Elle se fait uniquement dans le Sud-Est de notre pays. Les principaux départements producteurs sont les Basses-Alpes, le Vaucluse, la Drôme, les Hautes-Alpes et le Var. Des cultures de moindre importance sont faites dans les départements limitrophes (figure III).

Des essais de culture industrielle ont également été tentés en Algérie, au Maroc, en Sicile, en Hongrie, en Australie. En Angleterre la fameuse lavande anglaise n'est sûrement que du lavandin, peut-être introduit par des protestants français après la révocation de l'Edit de Nantes.

Récolte

Le lavandin est une plante des lieux ensoleillés, mais il aime une certaine humidité dans le sol. La sécheresse est toujours génératrice de déficit. Comme nous l'avons vu précédemment, la floraison du lavandin a lieu après celle de la lavande, avant celle de l'aspic, aux environs du 1er août. La cueillette se fait comme celle des fleurs de lavande au moyen de la faucille, généralement du 25 juillet au 25 août, lorsque le maximum de fleurs est épanoui sur l'épi floral. La coupe est faite sans interruption dans les grandes plantations, du lever au coucher

Fig. III. — b) Une plantation de cinq ans.

du soleil. On ne coupe jamais le matin quand il y a de la rosée, ni quand le ciel est très couvert, ni tout de suite après une pluie, parce que les plantes sont alors beaucoup moins riches en essence (30% environ). Les fleurs sont gerbées en petits ballots qui sont ensuite amenés le plus rapidement possible à la distillerie. Un coupeur habile peut couper dans une journée de 10 heures jusqu'à 500/600 kilos de fleurs.

La grêle peut enlever la moitié de la résolte et même plus. Le poids herbe/hectare reste le même, mais le rendement en huile essentielle est fortement diminué. Même longtemps après une chute de grêle (un mois) le rendement ne s'améliore pas.

Le rendement aux 100 kilos de fleurs (hampes et épis) est de 1 kilo à 1 k. 250 en moyenne. On récolte de 25 à 35 kilos d'essence à l'hectare. La production maximum d'essence à l'hectare a lieu à la troisième ou quatrième végétation, puis elle baisse lentement. Le lavandin vit ce 10 à 12 ans en culture. Exceptionnellement, quelques pieds peuvent devenir beaucoup plus vieux.

On peut régénérer les lavanderaies sauvages à l'aide du feu, mais le lavandin ne repousse pas si on le brûle. En effet, il a une tige constituée hors du sol qui est très vulnérable, contrairement à celle de la lavande qui pousse au ras du sol et dont le collet est protégé par la terre, ce qui lui permet une repousse facile.

Quand on arrache une vieille plantation, le sol est généralement épuisé, les engrais sont nécessaires ainsi qu'un assolement avant de replanter du lavandin.

Distillation

La distillation des fleurs de lavandin est une distillation classique qui se fait toujours sur les lieux de production ou à proximité de ces lieux ; en effet, on ne descend à Grasse que les fleurs qui sont destinées au traitement par les solvants volatils. La distillation se pratique dans des appareils de formes assez variées ; la vapeur est fournie généralement par un générateur à haute pression, chauffé soit au charbon, soit au bois, soit encore et de plus en plus fréquemment avec la "paille" de lavandin, c'est-à-dire avec la fleur précédemment distillée et séchée grossièrement sur une aire. Dans ce dernier cas, le mode d'alimentation du foyer est évidemment très économique ; il exige toutefois un foyer et une cheminée calculés rationnellement. La distillation à feu nu est pratiquement abandonnée.

Nous avons dit que les appareils distillatoires employés étaient de modèles divers ; de plus en plus ils se réduisent à 2 types : l'alambic basculant et l'alambic fixe, à vapeur directe. Dans ces alambics qui sont généralement en tôle galvanisée ou en cuivre, la vapeur vive arrive directement dans le fond de l'alambic sous une grille perforée et traverse la masse de fleurs à distiller.

L'alambic basculant convient bien aux installations importantes ; il peut basculer autour de 2 tourillons dont l'un amène la vapeur ; son chargement est rapide, sa décharge instantanée. Sa capacité va de 300

Fig. III. — c) Un beau champ de Lavandin. — Puberclaire (Basses-Alpes).

à 1500 litres ; on a même construit des appareils de 2500 litres. Nous estimons, et l'expérience l'a prouvé, que la capacité maximum la plus rationnelle est de 600 litres.

La décharge de l'alambic fixe se fait au moyen d'un palan qui enlève en général une grille perforée sur laquelle repose la charge de fleurs à distiller. Parfois la chaudière à basse pression entoure littéralement l'alambic (type PRINCE) ; dans ce cas la distillation est évidemment très rapide.

Certains distillateurs emploient des appareils à 3 vases analogues à ceux utilisés pour la distillation des marcs, et employés par les distillateurs d'essence de géranium dans la plaine de la Mitidja.

La charge d'un alambic de 600 litres, lorsqu'elle est bien tassée est d'environ 90 à 100 kilos pour des fleurs de bonne qualité moyenne ; il est évident que la charge varie avec la longueur des tiges, le degré de siccité des fleurs. La distillation à l'aide de vapeur admise à 2/3 kgs de pression est très rapide ; elle dure 45 minutes au maximum pour un alambic de 600 litres.

Le rendement en huile essentielle est très variable, il varie généralement entre 1 et 1,25%; on a vu toutefois, dans des années de grande sécheresse comme 1942, des fleurs de très belle qualité donner un rendement exceptionnel de 1,5 à 2,5%.

La distillation commence habituellement vers le 1er août. Elle se termine normalement vers le 15 septembre. Exceptionnellement, on a pu distiller des récoltes qui avaient été conservées en meules jusqu'à la fin octobre, sans diminution apparente du rendement et de la qualité de l'essence obtenue. Cette pratique, due au manque d'appareillage ou de main d'œuvre, n'est toutefois pas à conseiller.

Les fleurs de lavandin peuvent également être traitées par les solvants volatils. Les hydrocarbures employés à cet effet sont le benzène et l'éther de pétrole. On obtient dans ce cas des "essences concrètes", avec un rendement de 2% environ pour le concret benzénique et de 1,5 environ pour le concret pétrolique.

Ces essences concrètes, fortement colorées en vert, sont souvent employées telles quelles dans la savonnerie. Pour leur emploi en parfumerie on les transforme en "essences absolues" par la méthode classique (épuisement de la concrète par l'alcool à 96°, filtration, glaçage et concentration des solutions alcooliques). Les rendements en "essence absolue" sont de l'ordre de 90% environ.

Ces différents produits d'extraction, en plus des constituants normaux de l'huile essentielle, contiennent des produits non entraînables par la vapeur d'eau qui leur donnent des propriétés fixatrices remarquables.

L'existence de ces constituants non entraînables a été mise en évidence en faisant une extraction au benzène sur 130 kilos de fleurs de lavandin distillées de façon normale à la vapeur sèche. Ces fleurs distillées, séchées, ont été battues au fléau. Elles ont fourni 85 kilos de hampes florales et 45 kilos de calices. Les hampes ne contiennent pratiquement pas de matières extractibles ; par contre, les calices ont

Fig. III. — d) Lavandins en hiver. — Moustiers-Sainte-Marie (Basses-Alpes).

fourni 3 kgs 300 d'une essence concrète, très cireuse, de couleur vert foncé, à forte odeur de foin coupé. La distillation sous pression réduite (h = 6 m/m, température de distillation 70/160°) de ces 3 kgs 300 a donné 0 kg 720 d'un produit odorant, légèrement coloré en vert.

Production

Les premières distillations séparées d'essence de lavandin furent faites, à notre connaissance, il y a une vingtaine d'années ; la récolte de 1924 fut de 1000 kilos environ. La production s'accrût ensuite régulièrement et très rapidement. La récolte record fut celle de 1941 : 145.000 kilos (figure IV).

Nous donnons dans ce tableau le tonnage produit chaque année depuis 1924 jusqu'à 1943 :

Essence de LAVANDIN	
Année	Production
1924	1.000 kilos
1925	2.000 —
1926	3.000 —
1927	4.000 —
1928	4.000 —
1929	8.000 —
1930	20.000 —
1931	25.000 —
1932	35.000 —
1933	40.000 —
1934	42.000 —
1935	40.000 —
1936	61.000 —
1937	84.000 —
1938	98.000 —
1939	120.000 —
1940	120.000 —
1941	145.000 —
1942	140.000 —
1943	125,000 —

Il montre l'importance considérable de cette production qui est de loin la production française en huile essentielle la plus importante.

En 1936, d'après Ernest Guenther (*loc. cit.*), le Vaucluse aurait produit 10.000 kilos, la Drôme 13.000 et les Basses-Alpes 33.000 kilos. Les Alpes-Maritimes, la Lozère et le Var sont mentionnés comme producteurs, sans indication de chiffres.

L'importance annuelle de la récolte peut être évaluée ainsi pour les 3 dernières années :

Régions	1940	1941	1942
Région de Riez, Montagnac, Valensole. (Basses-Alpes)	80.000	100.000	90.000
Région de Valréas, Nyons ..... (Vaucluse, Drôme)	15.000	18.000	20.000
Région d'Apt ..... (Vaucluse)	12.000	13.000	16.000
Régions diverses..... (Var, Bouches-du-Rhône, etc.)	13.000	14.000	14.000

Pour l'année 1942, on peut estimer ainsi la production de chaque département producteur :

Basses-Alpes	90.000 kgs
Vaucluse	28.000 —
Drôme	8.000 —
Var	4.000 —
Divers	10.000 —

Prix

Au début de sa production, les prix de l'essence de lavandin, rare et considérée encore comme une curiosité, furent très élevés. C'est ainsi qu'en 1924/1925/1926, l'essence de lavandin valut jusqu'à 230 frs le kilo, alors que le prix de l'essence de lavande n'était que de 300 frs le kilo.

Les cours baissèrent ensuite rapidement pour atteindre en 1932 le prix extrêmement bas et jamais atteint de 25 frs le kilo. Les cours se relevèrent ensuite rapidement et montèrent en 1942 jusqu'à 1000 frs le kilo, le prix de l'essence de lavande étant de 2000 frs le kilo. Ce prix de 1000 frs est d'ailleurs un prix excessif qui a encouragé les plantations dans des limites excessives.

Il est malheureusement certain que, lorsqu'après la fin des hostilités réapparaîtront sur le marché français les essences à linalol comme celles de shiu et de bois de rose, cette surproduction entraînera un effondrement des cours (figure IV).

Nous donnons dans un tableau les cours extrêmes pratiqués depuis 1924 :

Nous remercions vivement la Maison H. Reynaud et Fils qui a bien voulu nous donner ses estimations de récolte. Par comparaison avec nos estimations personnelles, nous en avons déduit les tableaux précédents.

Essence de LAVANDIN	
Année	Cours extrêmes
1924	125
1925	230
1926	230
1927	120
1928	110/130
1929	125/100/65
1930	65/40/50
1931	50/35/40
1932	40/25/28
1933	28/40/68
1934	50/80/115
1935	125/95/68
1936	70/45/90
1937	110/70/100
1938	95/70/65
1939	65/100/65/200
1940	200/300/60/200
1941	200/100/180
1942	180/350/1000
1943	1000/400/500

Usages

L'essence de lavandin peut être utilisée à la place de l'essence de lavande chaque fois que l'utilisateur est gêné dans l'établissement d'un prix de revient. C'est ainsi qu'elle est employée dans l'industrie de la parfumerie, et surtout dans celle de la savonnerie qui en utilise un tonnage considérable. Elle donne en effet dans les savons une note fraîche, agreste, assez tenace, qui est très appréciée.

Nous avons vu qu'elle est employée depuis 1940 dans l'industrie des matières premières aromatiques de synthèse comme base de départ. Elle fournit aussi du linalol et de l'acétate de linalyle qui, lorsque leur purification est soignée, sont d'excellente qualité. Par isomérisation du linalol en géraniol et oxydation de ce dernier, on obtient du citral remarquable par ses qualités olfactive et organoleptique, qui l'apparentent au citral de l'essence de citron. A partir de ce citral peuvent être fabriqués des ionones, des méthylionones, du nérol. Les écarts de fabrication de tous ces produits de synthèse sont employés avec avantage en savonnerie.

Enfin, depuis quelques années, le pouvoir antiseptique de l'essence de lavandin a été mentionné dans diverses publications par R. M. Gattefossé (19), (20) ; il a été étudié par L. Giraud (11) sous la direction de Rochaix ; par Porcher-Pimpard (21), et mis en pratique en thérapeutique par A. Azaloux (22) et R. Cazal (23). A l'état de vapeurs, l'essence de lavandin a une action microbicide sur le bacille d'Eberth, légèrement microbicide sur le bacille diphtérique, très peu bactéricide sur le staphylocoque. A l'état liquide (méthode de Koch, dite "au fil"), l'action bactéricide est très nette sur ces 3 microbes. Enfin, elle possède, à la dose de 5‰, une action neutralisante positive sur les mêmes microbes.

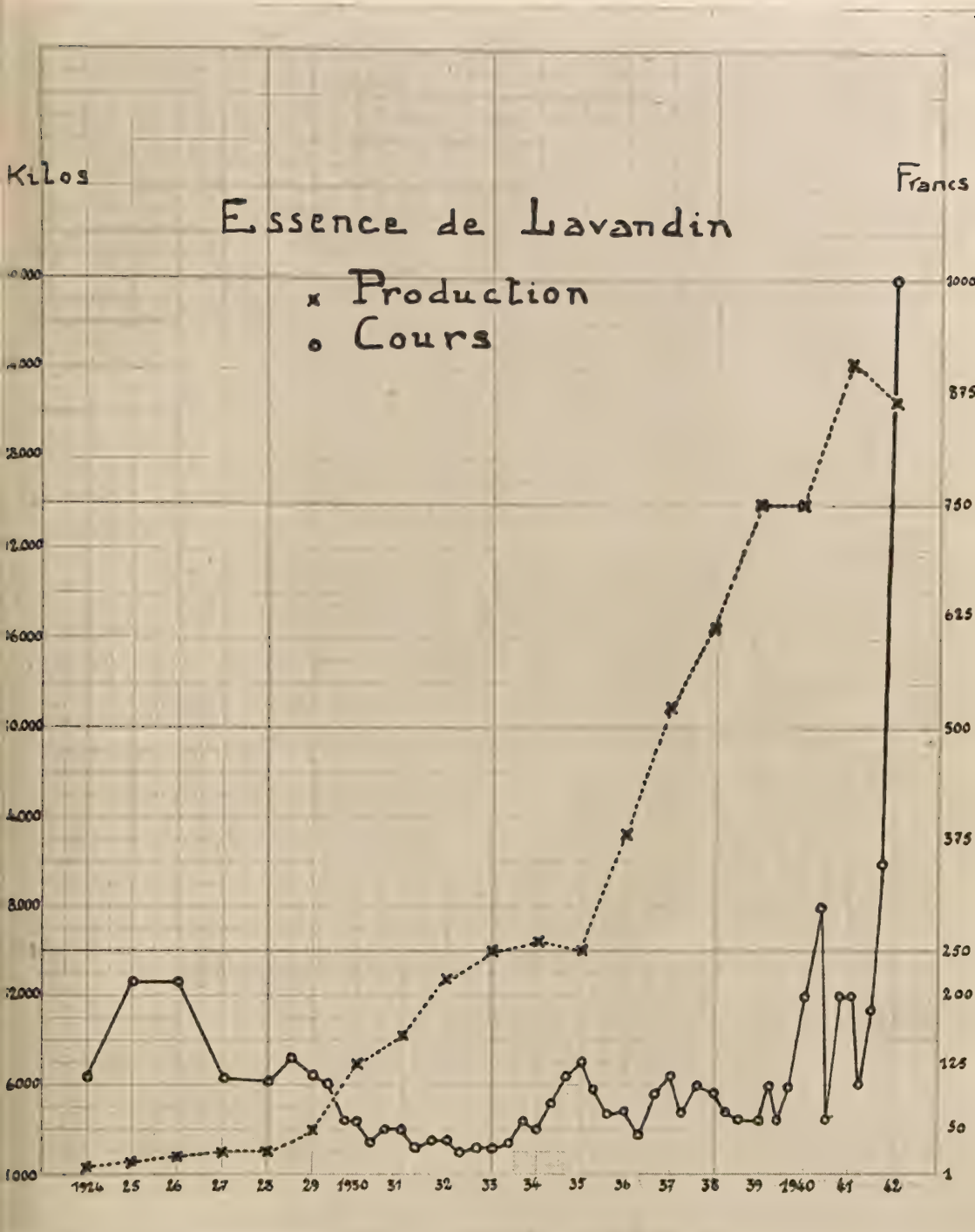
Kilos
Francs
Essence de Lavandin
x Production
o Cours
1924
25
26
27
28
29
1930
31
32
33
34
35
36
37
38
39
1940
41
42

Fig. IV.

TROISIÈME PARTIE

Constantes Analytiques de l'Essence de Lavandin

Sommaire

Historique
Constantes Extrêmes
Constantes Normales
Particularité des Constantes Normales
Poids spécifique
Pouvoir rotatoire
Indice de réfraction
Teneur en esters
Teneur en alcools libres
Teneur en alcools totaux
Teneur en alcools primaires et secondaires
Indice de carbonyle
Dispersion rotatoire

TROISIÈME PARTIE

Constantes Analytiques de l'Essence de Lavandin

Historique

Les premières constantes analytiques de l'essence de lavandin, différant fortement et nettement de celles de l'essence de lavande véritable, furent signalées par Birckenstock (24), qui donne le tableau suivant :

d_{15}	α_D	esters %	Alc. total	Soluble	Origine
0,9027	— 0°43'	6,23	34,8	3 v. à 65°	Aups
0,8995	— 1°35'	9,12	36,5	3 v. à 65°	Aups
0,8935	— 2°10'	17,11	36,7	4 v. à 69°	Bussac
0,8935	— 3°22'	23,6	40,2	3 v. à 67°	Châteaudouble

Lamothe indique (25) que pour l'année 1909, les zones à grosse lavande ou lavande bâtarde ont eu une bonne récolte ; il ajoute que l'essence n'a aucune valeur pour un connaisseur, car elle ne titre que 19 à 22% d'acétate de linalyle.

Plus tard, le même auteur signale (26) que quelques essences de lavandin ont une teneur moyenne en acétate de linalyle de 24%.

En 1912, Schimmel avait examiné (27) une essence pure dont voici les caractères :

d_{15} 0,8911
α_D ..... — 3°25'
I. E ..... 51,5 (18% d'esters en acétate de linalyle).

Soluble dans 2 volumes d'alcool à 70°.

Enfin, il est signalé (28), pour une essence de lavandin de l'Afrique Orientale anglaise :

d 0,894
α_D ..... — 10°30'
Teneur en esters ..... 3 %
Teneur en alcool ..... 44,1 %

D'après la thèse de Giraud (29), des essences obtenues à partir de plants cultivés avaient les constantes suivantes :

d	0,895/0,901
α_D	— 5°1'/— 5°3'
n_D	1,4665/1,4697
Teneur en esters	18,34/21,9 %

En 1931, Abrial et Bruyat (30) signalent certains lavandins donnant une essence titrant 40% d'acétate de linalyle et obtenue avec un rendement de 1% ; ils mentionnent surtout, et ce fût une révélation à l'époque, une variété qu'ils baptisent "Euréka", donnant couramment, avec un rendement de 3,1%, une essence dont le titre en esters est de 34,33%.

On voit par ces quelques données historiques que les essences de lavandin diffèrent souvent fortement par leurs constantes analytiques qui sont fonction étroite de leur hérédité.

Enfin en 1936, Ernest Guenther, dans une monographie sur le lavandin (31), indique les limites analytiques suivantes :

d_{15}	0,890/0,896
α_D	— 3°12'/— 5°
n_D	1,4620/1,4640
Esters	18,5/24,8 % (en acétate de linalyle)
Solubilité	soluble dans 2 à 2,5 vol. d'alcool à 70° et plus ; parfois opalescence par dilution ; parfois soluble dans 4 à 4,5 vol. et plus d'alcool à 70°.

Constantes Extrêmes

Nous avons eu l'occasion, depuis l'industrialisation de la culture du lavandin, d'examiner plusieurs centaines d'échantillons provenant soit de nos propres cultures, soit de distillateurs contrôlés par nos services. Certaines années, ces échantillons ont représenté des quantités de l'ordre de 20 à 40.000 kgs, c'est-à-dire un pourcentage important de la récolte totale française.

Ils étaient de provenance extrêmement diverses et représentaient toutes les régions productrices françaises.

Nous avons même très souvent examiné des échantillons provenant de régions où la culture du lavandin est inhabituelle et dont les conditions climatologiques et agrologiques sont tout à fait différentes de celles des grands départements producteurs. C'est ainsi que nous avons étudié des essences distillées dans la zone côtière méditerranéenne (altitude 200 m.), dans les Cévennes, dans la partie Sud-Ouest du département du Vaucluse (altitude 50 m. et terrain à l'arrosage), en Algérie, au Maroc et en Sicile.

Les limites extrêmes que nous avons observées sont données dans le tableau suivant :

d_{15}	0,888 à 0,904
α_D 20°	— 0°50' à — 7°
n_D 20°	1,4576 à 1,4660
I.E.	33 à 100
Teneur en esters (exprimé en acétate de linalyle)	11 à 35
Solubilité	soluble dans 1 à 4 vol. d'alcool à 70°, rarement avec un léger trouble à la dilution, le plus souvent soluble dans 5 vol. et plus d'alcool à 65°.
Dispersion rotatoire	1,5 > i/v > 0,97 1,75 > i/j > 1,04

Une essence de lavandin, obtenue avec un rendement de 70,2% en entraînant à la vapeur d'eau une essence concrète pétrolique (d_{15} = 0,9265), avait les constantes suivantes :

d_{15}	0,9126
α_D 20°	— 4°56'
n_D 20°	1,4681
I.A.	1,2
I.E.	92,58
Esters % (en acétate de linalyle)	32,37
Soluble dans 1,8 volume d'alcool à 70° sans louche	
Dispersion rotatoire	i/v = 1,38 i/j = 1,49

Une essence très spéciale, obtenue par la distillation sous vide de la concrète benzénique des fleurs distillées, répondait aux constantes suivantes :

d_{15}	0,9378
α_D 20°	— 1°30'

Constantes Normales

Plus généralement, en écartant certaines essences obtenues dans des conditions spéciales, les essences de lavandin répondent aux caractères suivants :

d_{15}	0,894 à 0,900
α_D 20°	— 2° à — 7°
n_D 20°	1,4600 à 1,4660
I.E.	45,7 à 80
Teneur en esters (exprimée en acétate de linalyle)	16 à 28%
I.E. après phtalisation pyridinée	11,20 à 22,40
Teneur en alcools libres primaires et secondaires d'après I. E. après phtalisation pyridinée (exprimée en $C^{10}H^{18}O$)	3,08 à 7,80%
I.E. après acétylation pyridinée	14,93 à 35
Teneur en alcools libres primaires et secondaires d'après I.E. après acétylation pyridinée (exprimée en $C^{10}H^{18}O$)	4,10 à 9,62

I.E. après formylation à froid	210,40 à 238,50
Teneur en alcools libres (expr. en C^{10} H^{18} O).	47,52 à 53,80 %
Teneur en alcools totaux (exprimée en C^{10} H^{18} O)	62,70 à 72 %
Indice de carbonyle à froid	7,6 à 12,30
Indice de carbonyle à chaud	15,86 à 44,80
Solubilité	soluble dans 1,8 à 3 vol. d'alcool à 70°, le plus souvent soluble dans 5 vol. et plus d'alcool à 65°.
Dispersion rotatoire	1,5 > i/v > 1,1 1,68 > i/j > 1,1

Particularité de ces Constantes

Nous examinerons à tour de rôle chacune de ces constantes analytiques par rapport aux constantes correspondantes de l'essence de lavande vraie.

Le poids spécifique de l'essence de lavandin varie entre 0,888 et 0,904 (0,894 à 900) ; celui de l'essence de lavande entre 0,882 et 0,897. Ce dernier est notablement plus bas ; cette différence provient probablement de la teneur assez forte en camphre et en bornéol de l'essence de lavandin.

Les limites du *pouvoir rotatoire* vont de — 0°50' à — 7° (— 2° à — 5°), alors que celles de l'essence de lavande sont — 3° à — 11° ; l'essence de lavande est donc nettement plus active.

Il n'y a pratiquement pas de différence pour les valeurs de l'*indice de réfraction* dont les valeurs sont, pour l'essence de lavandin, 1,4574 / 1,4660 (1,4620 / 1,4640) et pour l'essence de lavande = 1,4570 / 1,4640.

En ce qui concerne les *teneurs en esters*, les limites sont très larges :

I.E. = 33 à 100 (56 à 71)

suivant que dans la plante dont est issue l'essence prédominent les caractères de la mère ou du père. Il s'ensuit que la *teneur en esters*, exprimée en acétate de linalyle, varie de

11 à 35 % (19 à 24 %).

Nous avons même rencontré, dans des essais de culture, des individus exceptionnels qui ne titraient que 1% d'esters, et d'autres qui avaient une teneur de 50%. Il est vrai que ces essences étaient anormales, soit par leur odeur, soit par leur rendement cultural excessivement faible.

Le pourcentage en esters des essences de lavande est aussi assez variable, mais oscille dans des limites moins larges. On observe généralement des indices d'esters variant entre :

I.E. = 100 à 157.

correspondant à des teneurs en acétate de linalyle de

35 à 55 %.

On trouve cependant des essences de lavande distillées soit sur le versant français des Alpes, soit sur le versant italien, qui sont caractérisées par une teneur très faible en esters, allant de

27 à 32 %

et qui sont néanmoins d'une qualité remarquable, très appréciée des connaisseurs par la finesse de leur parfum.

L'indice d'esters après formylation à froid, effectuée suivant la méthode de Glichitch (32), varie dans des limites assez étroites. Les valeurs extrêmes que nous avons déterminées sont :

$$I.E._{f.f.} = 210{,}40 \text{ à } 238{,}50,$$

chiffres qui correspondent à une *teneur en alcools libres totaux*, exprimés en alcools $C^{10}H^{18}O$ de

47,52 à 53,80 %.

Il est remarquable de constater que ces chiffres varient dans des limites très étroites. Comme cela avait été signalé dans l'essence de lavande (33), la proportion des alcools libres varie en raison inverse de la teneur en esters. Dans l'essence de lavande, les teneurs en alcools sont évidemment beaucoup plus basses et varient en général de

20 à 40 %.

Les *alcools totaux*, somme des alcools libres et des alcools estérifiés, ont par suite des limites assez étroites allant de

62,70 à 72 %.

Dans le cas des essences de lavande, ces chiffres vont de

70 à 80 %.

Il est curieux de constater dans la pratique que la valeur olfactive des essences de lavandin est proportionnelle à la teneur en alcools totaux.

Nous avons déterminé couramment la *teneur* des essences de lavandin en *alcools primaires* et *secondaires* par la phtalisation pyridinée à chaud. On sait que cette estérification au moyen de l'anhydride phtalique estérifie à peu près quantitativement les alcools primaires et certains alcools secondaires (34). Nous avons obtenu les chiffres suivants :

$$I.E._{p,p.} = 11{,}20 \text{ à } 22{,}40.$$

ce qui donne une teneur en alcools, exprimée en alcools $C^{10}H^{18}O$, de

3,08 à 7,80 %.

Si nous examinons soigneusement les diverses constantes analytiques que nous venons de passer en revue, par rapport aux constantes correspondantes de l'essence de lavande, nous constatons que les différences sont en général peu importantes et qu'elles ne sont pas fondamentales.

Il n'en est pas de même pour les valeurs de constantes que nous allons examiner : *l'indice de carbonyle* et la *dispersion rotatoire*. Elles diffèrent fortement des indices correspondants de l'essence de lavande, et leur détermination est très importante dans le cas de fraude d'essence de lavande par addition d'essence de lavandin.

En effet, cette dernière contient des composés carbonylés s'oximant facilement à froid et du camphre qui s'oxime à peu près quantitativement à chaud.

Nos différentes déterminations ont d'abord été faites à froid, suivant Sabetay (35) et à chaud suivant la méthode de Vandoni et Desseigne (36). Cette technique ne nous ayant pas fourni des résultats concordants, nous avons alors employé une méthode décrite plus récemment (37), (38) et qui nous a fourni des résultats plus satisfaisants : "Oximation à froid en présence de chlorydrate d'hydroxylamine en solution alcoolique à 5%, de 5 grs d'essence neutralisée, en présence d'hélianthine, pendant 20 minutes, continuation de l'oximation en chauffant à reflux au bain-marie ; en neutralisant de 1/4 d'heure en 1/4 d'heure, tant que réapparaît la teinte rouge de l'hélianthine ; la réaction est terminée lorsque la coloration rouge n'apparaît plus au bout de quinze minutes ".

Nous avons trouvé, pour l'indice de carbonyle à froid, des chiffres variant de

7,6 à 12,30

et pour l'indice de carbonyle à chaud des chiffres allant de

15,86 à 44,80.

Toutefois, la valeur de 15,86 est une valeur limite extrême et les chiffres normaux vont de

29,20 à 44,80.

Bien que pendant l'oximation à chaud l'hydroxylamine soit susceptible de se fixer sur certaines doubles liaisons, on peut admettre que l'indice de carbonyle obtenu par la différence des incides de carbonyle à chaud et à froid, représente approximativement l'indice de carbonyle correspondant au camphre. L'indice de carbonyle à froid correspond à l'octanone-(3).

Il en résulte que les indices de carbonyle correspondant au camphre ont des valeurs extrêmes de

17 à 37.

et des valeurs moyennes de

22 à 33.

ce qui correspond approximativement, comme teneur en camphre, à des teneurs extrêmes de

5,9 à 8,8%.

L'indice de carbonyle à froid des essences de lavande varie entre 6 et 15 (chiffres extrêmes = 5 à 21,84). L'indice de carbonyle à chaud est pratiquement nul, puisque l'essence de lavande ne contient que des traces de camphre (39).

Dans un travail sur l'examen analytique des essences de lavande et où il indique des méthodes pour trouver les fraudes par l'essence de lavandin (répétition d'ailleurs d'un travail de J. Ripert), F. Atkins (40) indique que l'essence de lavandin contient une quantité importante de camphre. La forte teneur en camphre de l'essence de lavandin est donc caractéristique, et la détermination de l'indice de carbonyle à chaud est par suite très importante dans l'examen critique d'une essence de lavande suspecte.

Nous avons d'ailleurs souvent remarqué au cours de cette étude que la qualité olfactive des essences de lavandin est en raison inverse de sa teneur en camphre. Il devient alors illusoire de classer, comme le font certains auteurs, ces essences en 3 types : type aspiqué, type standard et type lavandé, en se basant sur la teneur en acétate de linalyle. On trouve, en effet, des essences à forte teneur en esters du type Abrialis, à odeur très camphrée, qui sont inférieures olfactivement à des essences ayant un titre en esters beaucoup plus bas, mais contenant moins de camphre. A teneur en esters égale, la qualité olfactive est liée à la valeur minimum de l'Indice de carbonyle à chaud et à la valeur maximum du pouvoir rotatoire.

La dispersion du pouvoir rotatoire optique des essences de lavandin, par rapport aux radiations principales de l'arc au mercure, a été étudiée pour la première fois aux Laboratoires d'Analyses des Etablissements Chiris en 1935. Les radiations utilisées sont : l'indigo, le vert et le jaune (i = 4380 Å ; v = 5460 Å ; j = 5780 Å).

Les premiers rapports de dispersion ont été signalés par Y.R. Naves et B. Angla (41), qui ont donné les limites extrêmes suivantes :

$$1{,}60 > i/v > 0{,}95$$
$$1{,}82 > i/j > 1{,}11.$$

Gilly et nous-même (42) avons indiqué des valeurs très proches, résultant de l'étude d'un lot considérable d'essence de lavandin examinées depuis 1935 :

$$1{,}50 > i/v > 0{,}97.$$
$$1{,}75 > i/j > 1{,}04.$$

Nous avons donné dans la même étude la valeur des rapports correspondants de l'essence de lavande qui different fortement :

$$1{,}92 > i/v > 1{,}65.$$
$$2{,}20 > i/j > 1{,}85.$$

Ces rapports, dont nous indiquons les valeurs extrêmes dans un graphique, sont donc très différents et leur comparaison donne un moyen commode de différenciation des deux essences. Ils permettent à un analyste exercé de dépister l'addition d'une faible quantité d'es-

sence de lavandin dans l'essence de lavande, pratique très courante dans le commerce des huiles essentielles (figure V).

Le pouvoir rotatoire des essences en solution dans divers solvants, comme le cyclohexane et l'alcool, varie suivant le solvant, mais nous avons montré (*loc. cit.*) que l'on ne pouvait guère envisager une distinction analytique entre les essences de lavande et celles de lavandin en se basant sur l'examen de ces résultats.

La réaction colorée au chlorure ferrique a été négative, montrant l'absence de proportions notables de phénols. La réaction au brome chloroformique selon S. Sabetay (43), très faiblement positive, indique la présence possible de sesquiterpènes azulénogènes.

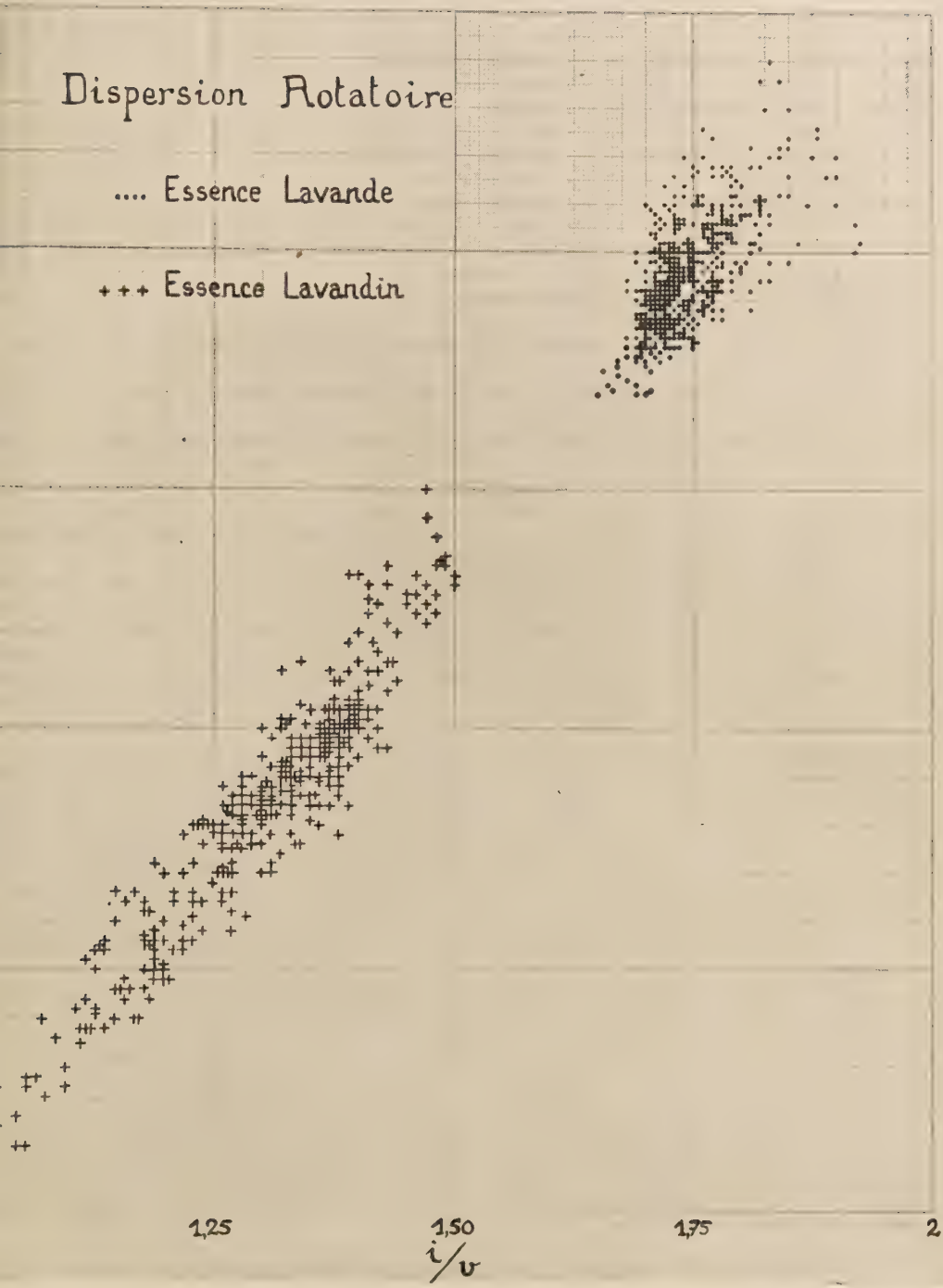
Dispersion Rotatoire
.... Essence Lavande
+++ Essence Lavandin
1,25
1,50
1,75
2
i/v

Fig. V.

QUATRIÈME PARTIE

Composition Chimique de l'Essence de Lavandin

Sommaire

Historique
Alcools Libres
Esters
Cétones
Oxydes
Hydrocarbures
Aldéhydes
Phénols
Lactones
Acides Libres

QUATRIÈME PARTIE

Composition Chimique de l'Essence de Lavandin

Historique

Bien que l'essence de lavandin soit d'une importance économique considérable, l'étude de sa composition chimique n'avait jamais été entreprise jusqu'en 1943. Le premier, J. Ripert signale que le camphre existe abondamment dans cette essence et le caractérise à l'aide de sa semicarbazone, F. = 236/238° (44).

Naves et Angla, dans leur étude sur la dispersion du pouvoir rotatoire optique des essences de lavande et de lavandin, signalent (45), sans en apporter de preuves expérimentales (46), que "la présence de proportions tant soit peu notables de camphre, de bornéol, de camphène, caractérise des essences de lavandin vis-à-vis de celles de lavande". Y.R. Naves le rappelle au cours de deux communications (46), (47), et il étudie par la suite le pouvoir rotatoire, dans des solvants différents, du camphre isolé de l'essence de lavandin, en mentionnant que cette cétone est accompagnée de bornéol (48).

Enfin J. Sfiras et L. Vanderstreek (50), dans une importante étude récemment publiée, résument la composition de l'essence de lavandin de la façon suivante (voir Tableau N° 1).

Auparavant nous avions annoncé, lors de diverses communications (51), (52), (53), (54), que cette essence contenait les corps suivants :

l-linalol	Acétate de linalyle	*n*-hexanal
d-bornéol	Ethylamylcétone	*n*-octanal
d-éthylamylcarbinol	Cinéol	Aldéhyde cuminique
Géraniol	Aldéhydes (52)	Diacétyle
Eugénol		*n*-hexanol (53) (54)
Coumarine		
d-camphre (51)		

L'essence que nous avons étudiée provenait de la distillation par nos soins de fleurs de lavandin Standard, cultivées sur le domaine de Puberclaire à Allemagne, dans les Basses-Alpes (altitude 700 mètres). Elle répondait aux caractères analytiques suivants :

d_{15} .... = 0,894	α_D 20° .. = — 5° n_D 20° .. = 1.4630
I.A..... = 0,56	I.E..... = 67,20 I.E. f.f. = 230,1
Indice de carbonyle à froid..... = 7	
Indice de carbonyle à chaud ..... = 24	
Soluble dans 2,2 vol. d'alcool à 70° sans louche	
Alcools libres évalués en $C^{10}H^{18}O$ ..... (par formylation à froid)	49,60
Alcools libres évalués en $C^{10}H^{18}O$..... (par acétylation pyridinée)	6,10
Alcools tertiaires évalués en $C^{10}H^{18}O$ ..... (par différence)	43,50
Esters évalués en acétate de linalyle	23,50
Cétones évaluées en $C^{10}H^{14}O$ (camphre)	6,50
Cétones évaluées en $C^{8}H^{16}O$ (octanone)	1,60
Constituants non dosés.....	18,80
Total.....	100,00

Les constituants de cette essence ont été examinés systématiquement, par fonctions chimiques, en commençant par les constituants les plus importants : alcools libres, esters, cétones, hydrocarbures, éther-oxydes, aldéhydes, phénols, acides libres, lactones.

Alcools Libres

On sait que les alcools et les phénols se transforment dans certaines conditions en esters boriques lorsqu'on les fait réagir notamment sur l'acide borique, l'anhydride borique, ou l'anhydride acétoborique, $B(OCOCH^3)^3$, (55).

Ces esters boriques sont peu volatils et il est ainsi facile de les séparer de la masse des autres constituants. Toutefois, ces méthodes présentent le risque de destruction des alcools tertiaires, toujours fragiles. C'est pour cette raison que nous avons préféré employer la méthode de Kaufmann (56). Elle consiste à traiter les huiles essentielles contenant des alcools par un excès d'esters neutres de l'acide borique, à éliminer par distillation sous pression réduite les constituants non alcooliques et à dissocier les borates alcooliques. Déjà au-dessous de 100° un échange se produit lorsqu'on chauffe des alcools supérieurs avec du borate de tributyle ; l'alcool à point d'ébullition le plus faible distille et il se forme les borates des alcools supérieurs difficilement volatils :

$$B(OC^4H^9)^3 + 3\ ROH = B(OR)^3 + 3\ C^4H^9OH$$

En réalité, Kaufmann a montré que dans le cas d'alcools tertiaires délicats comme le linalol, il se formait un mélange d'esters mixtes, avec de préférence deux molécules d'alcool tertiaire :

$$B(OC^4H^9)^2\ OC^{10}H^{17} \rightarrow B(OC^4H^9)\ (OC^{10}H^{17})^2 \rightarrow B(OC^{10}H^{17})^3$$

De toute façon, il ne se forme que des esters neutres, sans aucune

TABLEAU N° 1

Alcools tertiaires libres	**44-45 %**
Terpinéol ou 1-4 terpinénol	
Alcools sesquiterpéniques	1 %
Linalol	43-44 %
Alcools primaires et secondaires	**8 %**
Octène-1-ol-(3)	0,7 %
Un ou deux alcools primaires ou secondaires	au millième
Géraniol et son paragène	environ 0,2 %
d-bornéol	7 %
Produits à fonction carbonyle	**12 %**
Aldéhyde volatil	traces
Amyléthylcétone	environ 0,4 %
Aldéhydes ou cétones, probablement une terpénique et une sesquiterpénique	au millième
Camphre	11-11,5 %
Esters	**24-25 %**
Ester volatil à odeur amylée	traces
Acétate de l'octène-1-ol-(3)	au millième
Acétate d'un ou peut être deux alcools primaires ou secondaires	au millième
Acétate de terpényle	au millième 2,3 %
Formiate de linalyle	environ 0,3 %
Butyrate de l'octène-1-ol-(3)	
Butyrate de linalyle	
Butyrate et peut-être acétate et autre ester non identifié du géraniol et de son paragène.	
Acétate de linalyle	environ 22 %
Terpènes	**8 %**
d-pinène	
Ocimène	3,4 %
D'autres terpènes non identifiés	
Sesquiterpènes	**1-2 %**
Sesquiterpène appartenant au groupe du caryophylène.	
Oxydes :	
Cinéol	3-3,5 %

réaction acide, et la séparation des alcools se fait quantitativement. Si en fin de réaction la température n'est pas poussée très haut, KAUFMANN a montré que, éventuellement, les sesquiterpènes restaient avec les borates.

10 kgs d'essence de lavandin ont été traités, sous forte agitation, par 5 kgs d'une solution à 1% de bicarbonate de soude, afin d'éliminer les acides libres, puis desséchés. Ces 10 kgs ont été chargés avec 3 kgs de borate de tributyle, dans un ballon en Pyrex muni d'une courte colonne VIGREUX (30 cms), chauffé au bain d'huile. Le mélange a été chauffé lentement jusqu'à 100°, pendant 3 heures, sous un vide de 120 m/m Hg. Lorsque l'alcool butylique ne distille plus, le vide est porté progressivement à 5 m/m, et la température à 140° dans la masse, pendant une durée de 2 heures. Cette opération nous a donné :

Distillat..... 7 kgs 500
Borates ..... 5 kgs 550.

Afin d'éliminer totalement les alcools libres qui auraient pu échapper à la boratisation, les 7 kgs 400 de distillat ont été de nouveau boratisés dans les mêmes conditions, par 0 kgs 500 de borate de butyle. Nous avons obtenu :

Distillat..... 6 kgs 750
Borates ..... 0 kgs 950.

Les culots de boratisation (5 kgs 550 + 0 kgs 950) ont été réunis et saponifiés par simple agitation, à la température de 60/70°, avec 20 kgs d'une solution de soude à 20%. La décantation des alcools bruts est immédiate. Le mélange de ces alcools a été entraîné à la vapeur d'eau dans le même appareil, pendant une durée de 18 heures. Il a été recueilli 5 kgs 710 d'alcools bruts, le poids du résidu d'entraînement étant de 0 kgs 500. Le distillat constitué par le non alcool et que nous appellerons écarts de boratisation, est mis de côté pour la suite des opérations (poids 6 kgs 750).

Les 5 kgs 710 d'alcools bruts entraînés à la vapeur d'eau contenaient du butanol provenant de l'excès de borate de butyle et des borates mixtes. Cet alcool butylique a été éliminé par distillation fractionnée, dans un ballon surmonté d'une colonne ROBERT. Les fractions bouillant entre 95 et 118° sous pression atmosphérique (h = 740 m/m), ont été éliminées (n_D 20° = 1,400 ; poids obtenu = 0 kg 960).

Le fractionnement des alcools libres a été ensuite entrepris dans un ballon surmonté d'une colonne DUPONT de 80 cms de hauteur, à 8 plateaux, sous la pression de 9 m/m. Il a donné les résultats suivants pour un poids de 4 kgs 750 d'alcools bruts (fractionnement I), (voir Tableau N° 2).

n-hexanol-(1). — Les fractions 1,2,3,4 du fractionnement des alcools libres ont été réunis (poids = 391 grs). Par acétylation pyridinée (57), elles accusaient une teneur en alcool de 39,4 % (comme $C^6H^{14}O$). Elles ont été fractionnées à la pression atmosphérique dans un ballon de VIGREUX (h = 736 m/m). Les fractions suivantes ont été obtenues

TABLEAU N° 2

Fraction	T° de distillation	Pression m/m	Quantité (grs)	d_{15}	α_D 20°	n_D 20°
1	50/70	9	36	0.8397	— 6°22'	1.4279
2	80	9	106	0.8466	— 8°38'	1.4361
3	84	9	198	0.8618	— 10°44'	1.4550
4	84	9	51	0,8650	— 13° 8'	1.4560
5	86	9	167	0.8680	— 14° 6'	1.4602
6	86	9	178	0.8701	— 14°28'	1.4627
7	86	9	178	0.8710	— 15° 8'	1.4638
8	86	9	184	0.8710	— 15° 8'	1.4638
9	86	9	203	0.8720	— 15° 8'	1.4638
10	86	9	201	0.8720	— 15° 8'	1.4640
11	86	9	300	0.8724	— 15°10'	1.4640
12	86	9	296	0.8720	— 15°10'	1.4640
13	86	9	288	0.8728	— 15°26'	1.4640
14	86	9	196	0.8728	— 15°26'	1.4644
15	86	9	218	0.8737	— 14°24'	1.4644
16	86	9	225	0.8741	— 14° 8'	1.4647
17	86	9	210	0.8762	— 13°26'	1.4654
18	86	9	221	0.8768	— 12°30'	1.4655
19	86	9	154	0.8776	— 12°20'	1.4658
20	86	9	215	0.8819	— 10°10'	1.4667
21	86	9	197	0.8860	— 6°20'	1.4676
22	86	9	203	0.8972	— 2°30'	1.4706
23	87	9	42	0.9090	+ 3°20'	1.4735
24	90 crist.	9	60	0.9218	+ 8°42'	1.4770
25	106 crist.	9	150	0.9284	+ 11°16'	1.4824
26	110	9	20	0.9065	— 2°38'	1.4875
27	123	9	71	0.8998	— 8°12'	1.4908
28	130	9	55	0.8947	— 14°46'	1.4940
29	140	9	63	0.8983	— 22°12'	1.4957
30	140	9	14	0.9000	— 25°30'	1.4972
31	résidu	—	40	—	—	—

en ne dépassant pas, pour la 5e fraction, la température de 185° et en laissant dans le ballon la fraction ayant un point d'ébullition supérieur à cette température (fractionnement II) :

Fraction	T° de distillation	Pression m/m	Quantité grs	d_{15}	α_D 20°	n_D 20°
1	157°	736	65	0.8329	+ 0°54'	1.4245
2	166°	—	28	0.8348	— 2° 4'	1.4333
3	169°	—	88	0.8415	— 2°42'	1.4340
4	180°	—	20	0.8512	— 5°44'	1.4431
5	185°	—	16	0.8553	— 7°44'	1.4479
6	>185°	—	174	0.8680	— 44°20'	1.4590

La fraction (I) a été traitée au reflux pendant 2 heures par 100 grs d'anhydride phtalique et 200 cm³ de benzène. La partie non phtalisée à été éliminée par lavages avec une solution de carbonate de soude à 10% et les alcools phtalisés ont été saponifiés et entraînés à la vapeur d'eau (poids obtenu = 53 grs)

$$d_{15} = 0.8305 \quad ; \quad n_D\ 20° = 1{,}4205 \quad ; \quad \alpha_D\ 20° = \pm\ 0°.$$

Fractionnés à deux reprises dans un ballon de Vigreux à la pression atmosphérique, ils ont donné, après élimination de quelques gouttes d'alcool butylique, 47 grs de *n*-hexanol-(1) qui possédait les constantes suivantes :

$$E_{745} = 155° \quad ; \quad d_{15} = 0{,}826 \quad ; \quad n_D\ 20° = 1{,}4200.$$

L'identité de cet alcool a été établie par la préparation du 3,5-dinitro-benzoate, du naphtyluréthanne et de l'allophanate.

Le 3,5-dinitrobenzoate a été préparé de la même manière classique (58) en mélangeant 0,8 grs d'hexanol, 5 cm³ d'éther de pétrole, 0,4 cm³ de pyridine sèche, et en versant goutte à goutte dans ce mélange une solution de 1,250 grs de chlorure de 3,5-dinitrobenzoyle dans l'éther de pétrole. Le tout est porté une heure à l'ébullition au bain-marie, puis lavé à l'eau en ajoutant 4-5 cm³ de chloroforme, lavé à l'acide sulfurique à 2%, au carbonate de soude à 10% et enfin à l'eau distillée. La solution est séchée, puis concentrée. On ajoute ensuite 5 cm³ d'alcool à 50°, on glace, on essore et on recristallise dans l'alcool à 50°.

Le 3,5-dinitrobenzoate obtenu fond à 57/58° (Bloc Maquenne*). Il ne donne pas de dépression du point de fusion en mélange avec le dinitrobenzoate de l'hexanol de synthèse et de l'hexanol isolé de l'essence de lavande.

Pour la préparation du naphtyluréthanne on a chauffé 1 gr. de l'alcool et 0,5 gr. d'isocyanate de naphtyle pendant cinq minutes sur une

---

* Tous les points de fusion du présent travail sont des points de fusion instantanés pris au bloç Maquenne, sauf spécification contraire.

petite flamme. On ajoute ensuite 20 cm³ d'éther de pétrole, on porte à ébullition au bain-marie pendant quelques minutes. La dinaphtylurée insoluble est séparée par filtration. Le naphtyluréthanne est cristallisé dans l'alcool à 50°. Après quelques cristallisations on obtient un point de fusion de 59° (pas de dépression dans l'essai de mélange avec la naphtyluréthanne de l'hexanol de l'essence de lavande).

L'allophanate a été obtenu suivant la technique de G. Bougault et G. Leboucq (59). On triture au mortier 0,7 gr. de chlorure d'allophanyle avec 5 cm³ de benzène ; on ajoute lentement, en triturant, 0,7 gr. d'alcool dissous dans 5 cm³ de benzène. Le mélange s'épaissit ; on laisse en contact une nuit dans un exsiccateur, puis on essore le benzène, on lave avec 5 cm³ de benzène ; on traite le produit de la réaction d'abord à l'eau froide, puis à l'eau chaude, on sèche sous vide et on cristallise dans l'alcool à 95° bouillant :

F = 168/169°

Dosage de l'azote dans l'allophanate :
trouvé : 14,67% ; calculé : 14,8%.

L'alcool hexylique primaire normal a été signalé sous forme de butyrate d'hexyle dans l'essence d'*Heracleum Giganteum* (60), sous forme d'ester acétique dans les essences de Fougère mâle, et d'*Heracleum Spondylium* (61) ; Faget (59) l'a rencontré à l'état libre dans l'huile de marc de raisin, Bohnsack (63) dans l'essence de Citronnelle Java et L. Benezet dans l'essence de lavande (64). Les caractères observés concordent de manière satisfaisante avec ceux mentionnés dans la littérature :

Constantes	Bohnsack ex. Citronnelle (60)	Bohnsack (65)	Bohnsack (66)	Benezet ex. Lavande	Ex. Lavandin
E	—	E13 = 62°	E12 = 61°	E736 = 155°	E745 = 155°
d	$d_{15}^{21} = 0{,}8256$	$d_{15}^{18} = 0.8272$	$d_{15}^{20} = 0.8237$	$d_{15}^{15} = 0.8280$	$d\ ^{15}_{14} = 0.8260$
n_D 20°	—	—	—	1.4195	1.4200
α_D 20°	—	—	—	± 0°	± 0°

Le *n*-hexanol-(1) possède une note fugace, verte, agréable et fruitée ; l'essence de lavandin en contient environ 0,5% à l'état libre.

d-n-octanol-(3). — Les fractions 2, 3, 4, 5 du fractionnement I ont été réunies (poids = 152 grs). Elles ont été boratisées au moyen de 50 grs d'acide borique pulvérisé, par chauffage au bain d'huile à 130°, pendant 1 heure, sous pression atmosphérique. L'opération a été ensuite continuée sous vide pendant 1 heure, à la même température, en abaissant progressivement le vide jusqu'à 5 m/m, afin d'éliminer les alcools non estérifiables. Les borates ont été ensuite décomposés par une solution sodique à 20% et les alcools entraînés par la vapeur d'eau. On a obtenu ainsi 90 grs d'alcool ayant les constantes suivantes :

$d_{15} = 0{,}8352$; n_D 20° = 1,4303 ; α_D 20° = + 3°46'

Ces 90 grs ont été acétylés en les portant au reflux pendant 2 heures, avec 90 grs d'anhydride acétique et 9 grs d'acétate de soude anhydre. Après lavage, neutralisation et séchage, il a été obtenu 105 grs d'acétates bruts qui ont été fractionnés sous pression réduite (h = 8 m/m) à l'aide d'une colonne Widmer de 10 tores. Il a été obtenu 90 grs d'une portion

$$E = 71^\circ \; ; \; d_{15} = 0.867 \; ; \; n_D\,20^\circ = 1.4174$$
$$\alpha_D\,20^\circ = -\,3^\circ 12' \; ; \; \text{I.E.} = 322.$$

Ces 90 grs ont été saponifiés par une solution de soude alcoolique ; les alcools décantés, lavés et séchés, ont été fractionnés à plusieurs reprises sous pression ordinaire. Nous avons finalement obtenu 62 grs d'un alcool qui avait les constantes suivantes :

$$E_{736} = 175^\circ \; ; \; d_{15} = 0.826 \; ; \; \alpha_D\,20^\circ = +\,4^\circ 20' \; ; \; n_D\,20^\circ = 1.4276.$$

Il est curieux de constater que l'ester acétique de cet alcool est lévogyre, comme l'avaient constaté L. Benezet (64) et Y.R. Naves (67).

Il s'agit du *d-n*-octanol-(3), ou éthylamylcarbinol, dont la nature secondaire a été mise en évidence par son taux de phtalisation pyridinée (68) : 52,5% à froid, pendant 18 heures (25) ; 80,7% au bain-marie bouillant pendant 1 heure (69). Sa structure a été vérifiée par son oxydation en *n*-octanone-(3), son identité en préparant son allophanate et son naphtyluréthanne.

L'oxydation en *n*-octanone-(3) a été faite au moyen du mélange de Beckmann, en suivant la technique décrite par Y.R. Naves (67). Après extraction à l'éther et rectification, la *n*-octanone-(3) ($n_D\,20^\circ$ = 1.4155) a donné par l'action de l'acétate de semicarbazide une semicarbazone qui après cristallisation dans le benzène fondait à 117° (pas de dépression du point de fusion par mélange de cette semicarbazone avec celle de la cétone de l'essence de lavande).

L'allophanate a été préparé par la méthode classique. Après plusieurs cristallisations dans l'alcool à 96° il présentait un point de fusion de 185°. Cet allophanate recristallisé dans un mélange en parties égales de cyclohexène + acétate d'éthyle possédait le même point de fusion. Déterminé en capillaire fermé, au tube de Thiele, le point de fusion corrigé était de 172° (Δt = 1° par 30").

Le naphtyluréthanne a été préparé suivant la méthode déjà décrite. Cristallisé dans l'alcool à 50°, il avait un point de fusion de 81°.

Des essais de mélange de l'allophanate et du phényluréthanne de *d-n*-octanol-(3) ont été faits avec les dérivés correspondants obtenus à partir de l'éthylamylcarbinol extrait de l'essence de Menthe poivrée du Japon ; ils n'ont donné aucune dépression des points de fusion.

Le *d-n*-octanol-(3), très rare dans les huiles essentielles, a été identifié pour la première fois par Schimmel dans l'essence de Menthe japonaise (70) ; il a été signalé récemment par L. Benezet dans l'essence de lavande française où il existe sous forme d'ester (64) et par Y.R. Naves dans l'essence de Menthe Pouliot, où il se trouve à l'état libre et sous forme d'ester acétique (71), (67).

Les caractères analytiques que nous avons déterminés concordent de manière satisfaisante avec ceux des auteurs cités :

Constantes	(70)	(64)	(71)	Ex. Lavandin
E	E_{760} = 178,5 179,5	—	E_2 = 53/54° E_2 = 52/53°	E_{736} = 175°
d	d_{15} = 0.82276	d_{15} = 0.823	d_4^{20} = 0.8248 d_4^{20} = 0.8246	d_{15} = 0.826
n_D 20°	1,42755	1,4270	1,4277 1,42682	1,4276
a_D	+ 6°26'	+ 5°	+ 8°73' + 7°93'	+ 4°20'

Le *d*-*n*-octanol-(3) retiré de l'essence de lavandin possède une note puissante, verte, fruitée, à léger relent de champignon ; cette essence en contient de 0,6 à 1% à l'état libre.

l-linalol. — Le dosage systématique des alcools libres a montré que ces derniers se composaient surtout d'alcools tertiaires. L'essence étudiée en contient 43,50% (différence entre les alcools totaux obtenus déterminés par formylation à froid et les alcools primaires et secondaires déterminés par acétylation pyridinée).

La fraction 6 du fractionnement II (174 grs) et les fractions 4 à 20 inclus du fractionnement I (3485 grs) ont été réunies et fractionnées à l'aide d'une colonne de Widmer de 20 tores. Le cœur de distillation obtenu (3100 grs) avait les constantes suivantes :

E_9 = 86° ; E_{745} = 195/196°

d_{15} = 0.870 ; α_D 20° = — 15°30' ; n_D 20° = 1,4630

Soluble dans 10 volumes d'alcool à 50°

Teneur en $C^{10}H^{18}O$ par formylation à froid = 96%.

Il est constitué par du *l*-linalol. Ce cœur de distillation, refractionné à l'aide de la même colonne de Widmer, a fourni une portion (1200 grs) dont voici les caractéristiques :

d_{15} = 0.8686 ; α_D 20° = — 18°10' ; n_D 20° = 1,4625

La déviation optique de ce linalol, très élevée, est excellente. Des pouvoirs rotatoires supérieurs ont été seulement observés par L. Benezet (64) dans l'essence de lavande française : — 18°45', et par Gildemeister (72) dans l'essence de limette : — 20°7'.

Le *l*-linalol a été identifié par la préparation de son phényluréthanne, F = 66°, et de son naphtyluréthanne, F = 53°. Ces dérivés, mélangés avec les dérivés correspondants du *l*-linalol de l'essence de Bois de Rose de Cayenne, n'ont pas montré de dépression du point de fusion.

Le *l*-linalol est très fréquent chez les huiles essentielles ; sa présence dans l'essence de lavandin était attendue, l'essence de lavande en contenant une forte quantité, soit à l'état libre, soit à l'état estérifié.

Le *l*-linalol est le principal alcool libre de l'essence de lavandin, en même temps que son constituant le plus important. Elle en contient 43 à 44%.

d-bornéol. — Les fractions 21, 22, 23, 24, 25, possèdent encore une note "linalol", mais surtout une note fortement moisie "bornéol". Déjà les fractions 23, 24, 25 cristallisent dans le réfrigérant lors de fractionnement. Elles ont été réunies (poids = 652 grs). Elles ont une teneur en alcool (exprimé en $C^{10}H^{18}O$) de 65%, déterminée par acétylation pyridinée. Maintenues à 0° pendant 24 heures, puis essorées, elles ont donné 320 grs de cristaux, qui recristallisés dans l'éther de pétrole sous forme de feuillets brillants, ont présenté un point de fusion de 203/204° au tube capillaire scellé. Il s'agit du *d*-bornéol dont nous avons déterminé quelques constantes :

E_{750} = 212° ; F = 203/204°

$[\alpha]_D$ = + 27°, en solution alcoolique

α_D^{τ} = + 2°42' ; C = 10 % ; alcool ; l = 1 dcm.

Son identité a été vérifiée en préparant son 3,5-dinitrobenzoate et son phtalate acide.

Le 3,5-dinitrobenzoate obtenu par la méthode classique a été cristallisé dans l'alcool dilué ; il présentait un point de fusion de 153° (pas de dépression du point de fusion en mélange avec le 3,5-dinitrobenzoate du camphre droit).

Le phtalate acide a été préparé suivant S. Sabetay et Y.R. Naves (73). On chauffe au bain-marie, pendant 30 minutes, 1 gr. de bornéol et 10 grs de mélange phtalisant. On ajoute ensuite 10 cm^3 d'eau, on chauffe 1 minute, refroidit, neutralise par une solution de potasse à 5% et on acidifie par une solution d'acide chlorhydrique à 10%. Le phtalate acide de bornyle se sépare sous forme cristallisée. Il a été recristallisé dans l'alcool à 65° :

F = 165° (essai de mélange).

La partie liquide (312 grs) provenant de l'essorage des cristaux contient encore une assez forte proportion de *d*-bornéol que nous n'avons pu isoler ni par congélation, ni par distillation fractionnée. Elle donne en effet par oxydation au moyen du mélange de Beckmann du camphre droit (semicarbazone, F = 232°, tube scellé).

Le bornéol droit se rencontre assez fréquemment dans les huiles essentielles et notamment dans les essences de labiées. On le trouve dans l'essence d'aspic (74). N. Schintz et C.F. Seidel l'ont trouvé dans l'essence de lavande en quantité importante (75).

Le *d*-bornéol est un constituant caractéristique de l'essence de lavandin qui en contient environ 3 à 5%.

Géraniol. — La partie liquide provenant de l'essorage des cristaux de bornéol possède une note rosée, masquée par l'odeur du bornéol. Redistillée sous pression réduite, elle a les constantes suivantes :

d_{15} = 0,8962 ; α_D 20° = + 1°26' ; n_D 20° = 1,4836.

Cette portion (302 grs) a été triturée au mortier avec 600 grs de chlorure de calcium sec (76), (77), pendant 15 minutes. Ce mélange a été abandonné pendant une nuit dans un exsiccateur. Il a été ensuite broyé en présence de benzène et épuisé avec ce solvant (3 épuisements avec 300 cm^3). La combinaison chlorocalcique a été décomposée avec de l'eau chaude et les 68 grs de produit obtenu ont été retraités par le chlorure de calcium, dans les mêmes conditions. Un échauffement notable de la masse s'est produit. Ce traitement a donné 45 grs d'un alcool à odeur rosée qui a été fractionné deux fois à l'aide d'une colonne de Widmer de 10 tores.

L'alcool obtenu (30 grs) avait les constantes suivantes :

$d_{15} = 0{,}884$; $\alpha_D\ 20° = \pm\ 0°$; $n_D\ 20° = 1{,}4775$.

Il s'agit du Géraniol, qui a été identifié par son allophanate et son 3,5-dinitrobenzoate.

L'allophanate, préparé par la manière classique déjà décrite et cristallisé dans l'alcool à 85° bouillant, avait un point de fusion de 124° (essai de mélange avec l'allophanate du géraniol pur extrait de l'essence de Palmarosa).

Le 3,5-dinitrobenzoate, préparé comme précédemment, fondait à 60° (essai de mélange avec la 3,5-dinitrobenzoate du géraniol de l'essence de Palmarosa).

On rencontre très fréquemment le géraniol dans les huiles essentielles, soit libre, soit estérifié.

L'essence de lavandin en contient environ 0,3%.

Les fractions 26, 27, 28 (tableau n° 2) semblent être un mélange d'alcools sesquiterpéniques et de sesquiterpènes (I.E. après phtalisation pyridinée = 124,6 ; I.E. après acétylation pyridinée = 168). Aucun dérivé cristallisé n'a pu être préparé.

L'octène-1-ol-(3), dont la présence dans l'essence de lavandin a été signalée par J. Sfiras et L.Vanderstreek (50), n'a pas été rencontré dans l'essence étudiée.

Esters

Alcools combinés. — Les écarts de boratisation (6 kgs 750) provenant de l'élimination des alcools libres, ont été privés de butanol par distillation à la pression atmosphérique au moyen d'une colonne Robert. On a obtenu ainsi 5 kgs 025 d'essence ayant les caractéristiques suivantes :

$d_{15} = 0{,}899$; $\alpha_D\ 20° = +\ 5°56'$; $n_D\ 20° = 1.4600$

I. A. = 5,6 ; I. E. = 121,33

Esters (en acétate de linalyle) : 42,5%.

Ces écarts ont été saponifiés par ébullition au bain-marie, pendant 2 heures, avec 7 kgs 500 d'une solution alcoolique contenant 500 grs de soude. Après saponification, les écarts ont été additionnés de 10 kgs d'une solution de chlorure de sodium à 10%. La partie décantée

a été desséchée (poids obtenu = 4 kgs 020). Elle contient à l'état libre les alcools provenant des esters. Elle a été additionnée de 1 kg 200 de borate de butyle et boratisée dans les conditions décrites précédemment, Cette boratisation a donné 2 kgs 824 d'écarts et 2 kgs 200 d'esters boriques qui ont été saponifiés à l'aide de 4 kgs de solution de soude à 20% ; les alcools obtenus ont été entraînés à la vapeur d'eau. Cette opération a fourni, après élimination du butanol à l'aide d'une colonne Robert, 1 kg 700 d'alcools bruts possédant les constantes suivantes :

d_{15} = 0,8794 ; α_D 20° = — 13°20'° ; n_D 20° = 1.4612
I. E. après acétylation pyridinée = 90,30.

Ces alcools ont été fractionnés sous pression réduite, dans un ballon Pyrex chauffé au bain d'huile, surmonté d'une colonne Dupont à 8 plateaux. Ce fractionnement a donné les résultats suivants (voir Tableau N° 3).

Les fractions 1, 2, 3 ont été réunies (poids = 0 kg 177). Leur indice d'éther après phtalisation pyridinée est de 412 ; après acétylation pyridinée de 418,6.

Elles ont été phtalisées en les faisant bouillir à reflux pendant 2 heures avec 500 grs d'anhydride phtalique et 1000 cm³ de benzène Après élimination des parties non estérifiées, saponification des esters phtaliques et entraînement des alcools à la vapeur d'eau, on a obtenu 140 grs d'alcools bruts qui ont été fractionnés sous pression atmosphérique à l'aide d'une colonne Vigreux à 10 plateaux.

Fraction	T° de distillation	Quantité grs	d_{15}	α_D 20°	n_D 20°
1	80°/125°	58	—	—	1,4009
2	150°/160°	62	0,8266	— 1°12'	1,4207
3	185°	5	0,8415	— 6°28'	1,4433
4	résidus	12	—	—	—

La fraction 1 est constituée par du butanol en excès. La fraction 2, après une double rectification avec une colonne Vigreux à 10 plateaux, a donné 55 grs d'un alcool dont voici les caractères :

E_{740} = 155° ; d_{15} = 0,827 ; n_D 20° = 1,4200.

Il s'agit de l'*hexanol*-(1), dont nous avons préparé l'allophanate, le naphtyluréthanne et le 3,5-dinitrobenzoate. Ces dérivés cristallisés n'ont pas donné de dépression du point de fusion en mélange avec les dérivés correspondants de l'hexanol libre isolé précédemment.

L'essence de lavandin contient, à l'état d'alcool combiné, 0,6% environ de *n*-hexanol-(1).

Les fractions 4 et 5 (Tableau n° 3) ont été réunies (poids = 223 grs). Elles ont un indice d'ester de 90,6 après phtalisation pyridinée et de 95,2 après acétylation pyridinée. Elles ont été boratisées par

TABLEAU N° 3

Fraction	T° de distillation	Pression m/m	Quantité (grs)	d_{15}	α_D 20°	n_D 20°
1	60/64°	6	92	0,8360	— 4°44'	1,4300
2	65°	6	30	0,8412	— 5°34'	1,4340
3	70°	6	55	0,8550	— 10°18'	1,4482
4	72°	6	116	0,8635	— 13°	1,4560
5	72°	6	107	0,8672	— 14°10'	1,4595
6	72°	6	102	0,8680	— 15°	1,4620
7	75°	6	212	0,8711	— 15°26'	1,4630
8	75°	6	208	0,8711	— 15°30'	1,4632
9	75°	6	212	0,8700	— 15°20'	1,4635
10	77°	6	168	0,8713	— 15°10'	1,4640
11	77°	6	132	0,8720	— 14°32'	1,4642
12	80°	6	40	0,8756	— 13°30'	1,4658
13	90°	6	65	0,8852	— 8°54'	1,4722
14	93°	6	48	0,8890	— 4°30'	1,4781
15	104°	6	76	0,8871	— 3°	1,4820
16	116°	6	16	0,8900	— 5° 4'	1,4849
17	133°	6	6	0,9021	— 11°	1,4928
18	146° (décomp.)	6	10	0,9022	— 10° 5'	1,4920
19	résidu de distillation	—	60	—	—	—

chauffage au bain d'huile à 130° avec 75 grs d'acide borique pulvérisé pendant 1 heure, sous pression atmosphérique. L'opération a été ensuite continuée sous vide pendant 1 heure, à la même température, en abaissant progressivement le vide jusqu'à 5 m/m, afin d'éliminer les alcools non estérifiables. Les borates ont été ensuite décomposés par une solution de soude à 20% et les alcools entraînés par la vapeur d'eau. On a obtenu 25 grs d'alcool qui ont été fractionnés et qui ont donné une fraction de 21 grs

$$d_{15} = 0{,}8374 \; ; \quad \alpha_D \; 20° = + \; 2°45' \; ; \quad n_D \; 20° = 1{,}4359.$$

Ces 21 grs ont été purifiés comme précédemment, en les transformant en ester acétique. Après fractionnement de ce dernier, la saponification de l'ester acétique et fractionnement de l'alcool, nous avons obtenu 14 grs d'un alcool

$$E_{736} = 175° \; ; \quad d_{15} = 0{,}826 \; ; \quad \alpha_D \; 20° = + \; 4°49' \; ; \quad n_D \; 20° = 1{,}4271.$$

Il s'agit du *d-n-octanol*-(3) qui a été identifié par la préparation de l'allophanate et du naphtyluréthanne et dont la structure a été vérifiée par la préparation de l'octanone-(3) (essai de mélange avec les dérivés correspondants du *n*-octanol-(3) libre de l'essence de lavandin).

L'essence de lavandin contient, à l'état d'alcool combiné, 0,2% environ de *d-n*-octanol-(3).

Les fractions 6, 7, 8, 9, 10, 11 (Tableau n° 3) sont constituées par du *linalol* pratiquement pur. Réunies (poids = 1034 grs), elles ont donné par fractionnement à l'aide d'une colonne Widmer de 10 tores, un cœur de distillation dont voici les constantes :

$$E_9 = 86° \; ; \quad d_{15} = 0{,}8692 \; ; \quad \alpha_D \; 20° = - \; 17° \; ; \quad n_D \; 20° = 1{,}4630.$$

et qui a fourni par action de l'isocyanate de phényle un phényluréthanne F = 66° (essai de mélange). Le naphtyluréthanne fondait à 53° (essai de mélange).

L'essence de lavandin contient, à l'état d'alcool combiné, 15 % environ de linalol.

Acides combinés. — Pour la recherche des acides combinés, la lessive de saponification des esters a été évaporée à sec au bain de sable après avoir été épuisée à l'éther. Les sels de soude ont été ensuite décomposés avec précaution, en présence d'hélianthine, par un excès d'acide sulfurique en solution à 20% (675 grs SO^4H^2). Une faible quantité d'acides insolubles, de couleur brune, vient surnager ; elle est mise de côté après décantation. Les acides solubles sont ensuite entraînés à la vapeur d'eau et neutralisés au fur et à mesure de leur distillation avec de la soude à 10%. Les sels sodiques ont été ensuite évaporés à sec (1345 grs). Les acides solubles ont été libérés par un excès d'acide sulfurique, en présence de 1350 grs de butanol, et estérifiés par ébullition à reflux du mélange pendant 2 heures. Les esters butyliques ont été ensuite lavés, neutralisés et fractionnés à plusieurs reprises à l'aide

d'une colonne Vigreux à 12 plateaux, sous pression atmosphérique. Ce fractionnement a donné 98/99% d'un ester butylique

$$E_{740} = 126° \; ; \quad d_{15} = 0.882 \; ; \quad n_D \, 20° = 1,3955.$$

constitué par de l'acétate de butyle (I.E. trouvé = 481,6 ; I.E. calculé = 482,7) et des traces (9 grs) d'un ester plus lourd

$$E_{740} = 164/165° \; ; \quad d_{15} = 0,871 \; ; \quad n_D \, 20° = 1,4032$$

constitué par du butyrate de butyle (I.E. trouvé = 388 ; I.E. calculé = 388,8).

L'acide acétique a été identifié par la préparation de son ester *p*-bromophénacylé, F = 86° (78). 1 gr. de sel de soude provenant de la saponification de l'ester butylique a été additionné de 10 cm³ d'eau. Cette solution a été rendue très légèrement acide au tournesol par addition d'acide chlorhydrique N/10. On ajoute ensuite 1 gr. de bromure de *p*-bromophénacyle en solution dans 10 cm³ d'alcool à 96°. Le mélange est porté à ébullition à reflux pendant une heure, puis refroidi dans la glace. Les cristaux d'ester *p*-bromophénacylé ont été essorés et purifiés à plusieurs reprises par cristallisation dans l'alcool à 96°. Ils fondent à 85/86° (essai de mélange avec le dérivé correspondant de l'acide acétique).

L'acide butyrique a été également identifié par la formation de son ester *p*-bromophénacylé, F = 63° (essai de mélange avec le dérivé correspondant de l'acide butyrique pur).

Les acides insolubles à forte odeur caprique (poids = 7,5 grs) ont été purifiés par dissolution dans une solution de bicarbonate de soude. Cette solution sodique a été épuisée à l'éther, puis décomposée par l'acide sulfurique à 20%. L'acide mis en liberté a été extrait à l'éther, concentré et fractionné sous pression réduite. La plus grande partie de cet acide est constituée par l'*acide caproïque*, dont nous avons déteminé quelques constantes :

$$n_D \, 20° = 1,4164 \; ; \quad \text{I.A. trouvé} = 480 \; ; \quad \text{I.A. calculé} = 482$$

Son ester éthylique que nous avons préparé, possède une agréable odeur fruitée :

$$E_{740} = 166° \; ; \quad d_{15} = 0,875$$
$$\text{I.E. trouvé} = 409,8 \; ; \quad \text{I.E. calculé} = 411.$$

Le dérivé *p*-bromophénacylé a été préparé. Il fondait à 72° (essai de mélange avec le dérivé correspondant de l'acide caproïque pur obtenu par oxydation du *n*-hexanol-(1).

Les queues de rectification de l'acide caproïque (2,4 grs) sont constituées par un ou plusieurs acides non saturés (décoloration du brome chloroformique) à odeur grasse, aigüe, que nous n'avons pu identifier.

L'essence de lavandin contient, comme acides combinés, de l'acide acétique (98/99%). et des traces d'acides butyrique, caproïque, et un ou plusieurs acides non saturés.

Esters. — Afin de situer la position des esters dans la courbe de distillation, une deuxième opération de boratisation a été effectuée sur 10 kgs d'essence, dans des conditions expérimentales identiques à celles de la première boratisation. Cette opération a fourni 5 kgs 100 d'écarts de boratisation ayant les constantes :

d_{15} = 0,900 ; α_D 20° = + 5°50' ; n_D 20° = 1,4555
I.A. = 9 ; I.E. = 117,60
Esters (en acétate de linalyle) = 41,16 %.

Ces écarts ont été fractionnés dans un ballon de 10 litres, chauffé au bain d'huile, au moyen d'une colonne DUPONT à 10 plateaux (pression h = 10 m/m). Ce fractionnement a donné les résultats suivants (voir Tableau N° 4).

Acétate de n-hexyle. — Les fractions 1, 2, 3 (Tableau n° 4) ont été réunies et saponifiées par une solution de soude alcoolique. La lessive de saponification, après épuisement à l'éther, a été évaporée à sec. L'étude des acides combinés a montré qu'ils étaient composés uniquement d'acide acétique (dérivé *p*-bromophénacylé, F = 86°).

Le produit provenant de la saponification a été boratisé et a donné 52 grs de *n*-hexanol-(1), qui a été identifié par les méthodes précédentes. Les esters de tête de l'essence de lavandin sont donc constitués par de l'acétate de *n*-hexyle.

Nous avons préparé cet ester par ébullition a reflux de l'hexanol avec le double de son poids d'anhydride acétique, en présence de 10% d'acétate de soude fondu, pendant 2 heures. Après purification, cet ester présentait les constantes suivantes :

E_{728} = 166/167° ; d_{15} = 0,8786 ; n_D 20° = 1,4112
I.E. trouvé = 387,8 ; I.E. calculé = 388,8.

L'acétate de *n*-hexyle possède une odeur puissante, fruitée et fugace, ressemblant à celle de l'acétate d'amyle. L'essence de lavandin, où sa présence au point de vue olfactif est importante, en contient environ 0,8/0,9%.

Acétate de d-n-octyle-(3). — Les fractions 4 et 5 (Tableau n° 4) ont été réunies et saponifiées par une solution de soude alcoolique. L'étude des acides combinés a montré qu'ils étaient composés uniquement d'acide acétique (dérivé *p*-bromophénacylé, F = 86°).

Les alcools bruts provenant de la saponification ont été purifiés par boratisation. Ils ont donné, à côté du *n*-hexanol-(1), 11 grs de *d-n*-octanol-(3), qui a été identifié par la préparation de son allophanate (F = 185°) et qui avait les constantes :

d_{15} = 0, 826 ; α_D 20° = + 4°10' ; n_D 20° = 1,4270.

Les esters de tête de l'essence de lavandin contiennent donc de l'acétate du *n*-octanol-(3). Cet ester a été préparé par acétylation avec de l'anhydride acétique, de la manière usuelle. L'ester obtenu après

TABLEAU N° 4

Fraction	T° de distillation	Pression m/m	Quantité grs	d_{15}	α_D 20°	n_D 20°	I. E.	Esters % en acétate de linalyle	I. CO à chaud
1	28/36	10	340	0,8256	+ 1°50'	1,4150	19,60	6,87	12,32
2	36	10	144	0,8270	+ 2°10'	1,4192	17	5,88	
3	38	10	170	0,8310	+ 2°42'	1,4247	25,20	8,83	14,90
4	40	10	134	0,8391	+ 3°10'	1,4349	15,40	5,39	
5	50	10	188	0,8543	+ 4°30'	1,4545	18,20	6,38	30,80
6	52	10	136	0,8612	+ 4°48'	1,4647	14,84	5,14	
7	56	10	530	0,8623	+ 4°59'	1,4680	15,40	5,39	
8	58	10	128	0,8630	+ 5°15'	1,4705	14,84	5,14	37,50
9	60	10	320	0,8658	+ 6°45'	1,4725	16,80	5,88	
10	62	10	270	0,8671	+ 7°40'	1,4729	18,20	6,28	47,04
11	70	10	132	0,8772	+ 12° 5'	1,4737	21	7,36	
12	80	10	320	0,9135	+ 20°30'	1,4670	47,04	16,42	24,64
13	90	10	230	0,9236	+ 21°40'	1,4655	82,80	25,50	
14	92	10	212	0,9246	+ 20°40'	1,4651	81,20	28,44	17,92
15	93	10	414	0,9216	+ 12°34'	1,4588	133	46,59	
16	94	10	114	0,9208	+ 3°26'	1,4550	189	66,20	6,92
17	95	10	306	0,9116	— 1°10'	1,4532	226,80	79,19	
18	96	10	224	0,9087	— 5°10'	1,4522	251,44	87,90	3,16
19	97	10	460	0,9086	— 7°48'	1,4528	273,84	95,73	

rectification (I.E. trouvé = 323,5 ; I.E. calculé = 325) possède une odeur puissante, mais fugace de champignon et de fruit.

Ses caractères concordent de manière satisfaisante avec ceux mentionnés dans la littérature :

Constantes	Schimmel ex. Menthe Japon (79)	Benezet ex. Lavande (64)	Naves ex. Menthe Pouliot (67)	Ex. Lavandin
E	E_{760} = 194°	E_{10} = 90°	E_{10} = 74°	E_8 = 71°
d	d_{15} = 0,8693	d_{15} = 0,8646	d_4^{20} = 0,8654	d_{15} = 0,867
n_D 20°	1,4151	1,4188	1,4168	1,4165
α_D 20°	—	— 5°	— 4°39°'	— 3°58'

L'essence de lavandin contient environ 0,27 % de l'acétate du *n*-octanol-(3).

Acétate de linalyle. — Les fractions 13, 14, 15, 16, 17, 18 et 19 (Tableau n° 4) ont été réunies (poids = 1960 grs). Elles ont été fractionnées à l'aide d'une colonne Widmer de 15 tores et ont donné une fraction de 925 grs constituée par de l'acétate de linalyle :

E_{10} = 97° ; d_{15} = 0,906 ; α_D 20° = — 7°54' ; n_D 20° = 1,4522
% en acétate de linalyle = 97.8,

Par saponification de l'acétate de *l*-linalyle, nous avons obtenu du linalol qui a été identifié par son phényluréthanne, F = 66° et son naphtyluréthanne F = 53° (essais de mélange). Dans les lessives de saponification, l'acide acétique a été identifié par la formation de son ester *p*-bromophénacylé, F = 86° (essai de mélange).

L'essence de lavandin contient environ 20 % d'acétate de *l*-linalyle.

Cétones

L'examen analytique des essences de lavandin a montré que l'indice de carbonyle est toujours assez élevé (15,86 à 44,80 pour l'indice à chaud). Le fractionnement des écarts de boratisation après élimination des alcools libres indique notamment que les produits à fonction carbonylée sont présents dans toutes les fractions (Tableau n° 4). Il sera donc impossible de séparer ces produits par une simple distillation fractionnée.

Nous avons donc été amenés à les engager dans une combinaison facilement régénérable et avons employé à cet effet le réactif T de A. Girard et G. Sandulesco. Ces auteurs emploient pour l'isolement quantitatif des fonctions carbonylées des dérivés hydraziniques à fonction ammonium quaternaires dont les combinaisons sont solubles dans l'eau et peu solubles dans les solvants organiques non hydroxylés (80).

Le réactif T est le chlorure de triméthyl-acéthydrazide-ammonium

$$(CH^3)^3 \gg N-CH^2-CONH-NH^2 \quad Cl$$

Lors de l'hydrolyse acide des hydrazones, les aldéhydes demeurent en solution, tandis que les cétones sont séparées quantitativement.

n-octanone-(3). — 500 grs d'essence de lavandin (I.CO à chaud = 31) ont été dissous dans 1000 grs de méthanol absolu, celui-ci étant additionné de 100 grs d'acide acétique cristallisable. On ajoute 100 grs de réactif T et le tout est porté à l'ébullition à reflux pendant une heure. On laisse refroidir le mélange, puis on précipite cette solution alcoolique par 4 litres d'eau glacée, contenant 60 grs de soude, de manière à neutraliser les 9/10e de l'acide acétique ajouté. On vérifie que le mélange ne bleuit pas avec l'indicateur au bromothymol. La solution est ensuite extraite 3 fois avec 500 cm³ d'éther qui ne dissout aucune trace de la combinaison cétonique. La solution épuisée et privée ainsi entièrement du non combiné est additionnée à froid de 150 grs d'acide sulfurique, de manière à atteindre une concentration environ ½ normale. L'hydrolyse de la combinaison cétonique se produit et après une heure de repos on extrait la fraction cétonique par 3 lavages à l'éther de 250 cm³. La solution éthérée est lavée, séchée et concentrée au bain-marie sous 100 m/m de vide. On obtient ainsi 15 grs de cétones brutes qui ont été fractionnées sous pression atmosphérique, dans un petit ballon de Claisen. La première fraction (poids = 8,5 grs),

$$E_{740} = 160/175^\circ \quad ; \quad n_D\ 20^\circ = 1{,}4191,$$

possède une odeur puissante, mais fugace, prenant à la gorge.

La deuxième fraction ($E_{740} = 180^\circ$) cristallise dans le réfrigérant : elle est constituée par du camphre (F = 178° en tube scellé).

La fraction liquide a été purifiée en la transformant en semi-carbazone. 7 grs de chlorhydrate de semicarbazide et 8,5 grs d'acétate de soude ont été dissous dans 85 grs d'eau distillée et ajoutés aux 8,5 grs de cétone brute dissoute dans 85 grs d'alcool à 96°. Le mélange a été porté à ébullition pendant une heure, dilué par de l'eau distillée jusqu'à légère précipitation et glacé pendant quelques heures. La semicarbazone formée a été essorée (poids = 10,2 grs). La cétone a été libérée par entraînement à la vapeur d'eau en présence d'acide oxalique (poids = 6 grs). Fractionnée à deux reprises dans un ballon de Widmer à 5 tores, elle a donné 4,2 grs d'une cétone dont voici les constantes :

$$E_{740} = 169^\circ \quad ; \quad d_{15} = 0{,}825 \quad ; \quad n_D\ 20^\circ = 1{,}4154$$
$$\text{I.CO trouvé (à froid)} = 433 \quad ; \quad \text{I.CO calculé} = 437.$$

Il s'agit de la *n*-octanone-(3), ou éthylamylcétone. L'identité de cette cétone a été établie par la préparation de sa semicarbazone et de sa 2,4-dinitrophénylhydrazone.

La semicarbazone a été préparée au moyen de l'acétate de semicarbazide. Après plusieurs cristallisations dans l'alcool dilué elle fondait à 117°. Le mélange de cette semicarbazone avec la semicarbazone de l'éthylamylcétone de l'essence de lavande fondait également à 117°.

La 2,4-dinitrophénylhydrazone a été préparée en suivant une technique dérivée de celle de M. Mouton (81).

0,4 gr. de dinitrophénylhydrazine ont été dissous dans 4 cm³ d'acide acétique, par chauffage avec une petite flamme. A cette solution on ajoute une solution de 0,2 gr. de cétone dans 2 cm³ d'acide acétique. On porte le tout au bain-marie pendant 2 heures et on abandonne 24 heures après avoir ajouté de l'eau jusqu'à léger louche. Les cristaux sont essorés et cristallisés dans l'alcool à 96° bouillant, puis dans l'acide acétique. La 2,4-dinitrophénylhydrazone qui se présente sous forme d'aiguilles rouges fond à 67°. Le mélange de cette 2,4-dinitrophénylhydrazone avec celle de l'éthylamylcétone de l'essence de lavandin fond également à 67°.

La *n*-octanone-(3) est extrêmement rare dans les huiles essentielles. Elle a été signalée seulement dans l'essence de lavande 82). Les caractères observés concordent de manière satisfaisante avec ceux mentionnés dans la littérature :

Constantes	Schimmel (82)	Y. R. NAVES (83)	Ex. Lavandin
E	169,5/170°	E_{732} = 169/169,5°	E_{740} = 169°
d	d_{15} = 0,8254	d_4^{20} = 0,8211	d_{15} = 0,825
n_D 20°	1,41536	1,41532	1,4154

La *n*-octanone-(3) est un des constituants de l'essence de lavandin, qui en contient 1,6% environ.

d-camphre. — Nous avons vu que le réactif T s'était combiné très faiblement avec le camphre. A. Girard et G. Sandulesco (80) ont signalé un fait analogue pour le diméthylcamphre. Par contre, une distillation fractionnée sous pression réduite des écarts de boratisation après élimination des alcools libres et des esters a donné une séparation presque quantitative de cette cétone. En effet, le résultat du fractionnement de 2 kgs 120 de ces écarts sous un vide de 10 m/m, à l'aide d'une colonne Dupont à 10 plateaux, est le suivant :

Fraction	T° de distillation	Quantité (grs)	d_{15}	a_D 20°	n_D 20°
1	40/56°	70	0,8618	+ 4°38'	1,4398
2	58/60°	222	0,8852	+ 7°35'	1,4618
3	60°	176	0,8662	+ 5°50'	1,4609
4	70°	155	0,8925	+ 9°50'	1,4674
5	72°	164	0,9005	+ 14°32'	1,4713
6	75° crist.	155	0,8977	+ 16°	1,4738
7	77° crist.	182	0,8950	+ 9°50'	1,4727
8	90/100° crist.	588	—	—	—
9	90/100° décomp.	148	0,8624	— 8°30'	1,4704
10	100/130° décomp.	132	0,8777	— 7°28'	1,4784
11	résidu	47	—	—	—

Les fractions 6, 7, 8 ont été réunies et abandonnées à la glacière pendant 24 heures, puis essorées, Le produit d'essorage, après 2 cristallisations dans l'éther de pétrole, a donné 485 grs de *d*-camphre ayant les caractéristiques suivantes :

F = 178° (tube scellé)
$[\alpha]_D$ = + 36°40'
α_D = + 3°40' ; C = 10% ; alcool 96% ; l = 1 dcm.

L'oxime a été préparée en portant à ébullition pendant 10 minutes un mélange de 1 gr. de chlorhydrate d'hydroxylamine dissous dans 6 cm³ d'eau, 0,4 gr. de camphre dissous dans 4 cm³ de soude alcoolique à 10% et quelques cm³ d'alcool à 96° pour rendre le mélange homogène. Obtenue par cristallisation dans l'alcool dilué, la camphoroxime fond à 118° en tube scellé. Le mélange de cette oxime et de l'oxime du camphre du Japon avait un point de fusion de 118°.

La semicarbazone fondait à 237° en tube capillaire (essai de mélange).

Obtenue par la méthode précédemment décrite, la 2,4-dinitrophénylhydrazone avait un point de fusion de 177° (essai de mélange).

Le camphre droit a été décelé dans de très nombreuses essences. Il existe abondamment dans l'essence d'aspic et seulement à l'état de traces dans l'essence de lavande.

Il est caractéristique de l'essence de lavandin qui en contient environ 6,5%.

Diacétyle. — Le diacétyle a été recherché dans les fractions de tête de l'essence de lavandin, ainsi que dans les eaux de distillation où il doit normalement se trouver par suite de son point d'ébullition très bas.

La recherche dans les eaux par la méthode de Pien, Baisse et Martin (84) a éte positive : Dans un tube à essai, on verse 5 à 10 cm³ de solution à étudier, ajoute une pastille de KOH et chauffe à ébullition. On obtient en présence du diacétyle une coloration brun stable, même après ébullition".

La recherche du diacétyle a été également faite dans les eaux et dans les fractions de tête de l'essence par la méthode de Vizern et Guillot (85). Les essais ont été fortement positifs : "Distiller rapidement 50 grs du corps à étudier + 20 cm³ d'alcool. Recueillir 20 cm³ du distillat, verser dans une capsule et ajouter 1 cm³ d'une solution de chlorhydrate d'hydroxylamine à 10%, 1,7 cm³ de soude normale, puis 1 cm³ de sulfate de nickel à 1% et 0,6 cm³ d'acide acétique normal versé goutte à goutte en agitant. Porter au bain marie pour évaporer l'alcool. On obtient ainsi une zone rouge caractéristique".

Le diacétyle est un constituant assez fréquent des huiles essentielles ; il est produit par la décomposition par la vapeur de certaines matières végétales. L. Benezet en a identifié des traces dans l'essence de lavande (8).

L'essence de lavandin en contient des traces.

Oxydes

Cinéol. — 2 kgs d'essence de lavandin ont été fractionnés à l'aide d'une colonne Dupont de 10 plateaux, sous 100 m/m de vide, de manière à recueillir 300 grs de têtes. Ces têtes ont été fractionnées sur 5% de sodium, à 3 reprises, à l'aide de la même colonne, à la pression normale. Les portions suivantes ont été finalement obtenues :

Fraction	Pression m/m	T° de distillation	Poids obtenu (grs)	d_{15}	α_D 20°	n_D 20
1	738	157°	37	0.864	+ 16°30'	1,4573
2	—	157/164°	42	0,876	+ 11° 8'	1,4674
3	—	164°	56	0,879	+ 9°32'	1,4665
4	—	165/168°	49	0,883	+ 7°	1,4680
5	—	170°	57	0.885	+ 4°36'	1,4752
6	résidus	—	—	—	—	—

Les 5 fractions réunies (241 grs) ont une odeur terpénique, camphrée. Un dosage approximatif du cinéol au moyen de la résorcine donne une teneur de 40%.

Le cinéol a été isolé de cette fraction en la malaxant avec une quantité double de résorcine à 50%.

Le composé d'addition solide qui se forme (87) a été essoré, séché au moyen de papier filtre et décomposé par une solution de soude à 20%.

Le cinéol brut récupéré a été fractionné, sous pression ordinaire, à l'aide d'une colonne Vigreux à 6 plateaux.

Après 2 fractionnements on a obtenu finalement 75 grs de cinéol qui possédait les caractéristiques suivantes :

$$E_{745} = 174° \; ; \; d_{15} = 0{,}930 \; ; \; n_D \; 20° = 1{,}4580$$

Point de fusion : + 1°.

Le cinéol a été caractérisé par la formation de la combinaison cinéol/résorcine. fusible à 81° (essai de mélange), ainsi que par la préparation de la combinaison moléculaire cinéol/*o*-crésol (88) qui fond à 56° (essai de mélange).

Le cinéol est extrêmement répandu dans la nature. Sa présence a été signalée à l'état de traces dans les essences de lavande (89). L'essence d'aspic (90) en contient des quantités assez importantes. L'essence de lavandin en contient environ 4 à 5%.

Hydrocarbures

Les portions provenant de l'isolement du cinéol des têtes de l'essence (p = 140 grs) ont été de nouveau refractionnées à plusieurs reprises sur sodium au moyen d'une colonne Vigreux à 10 plateaux. Les portions suivantes ont finalement été obtenues :

Fraction	Pression m/m	T° de distillation	Poids obtenu (grs)	d_{15}	α_D 20°	n_D 20°
1	738	150/152	15	0,840	+ 18°38'	1,4450
2	—	152	14	0,851	+ 22°10'	1,4532
3	—	154	12	0,856	+ 23°20'	1,4575
4	—	155	18	0,862	+ 25°26'	1,4624
5	—	155/158	51	0,865	+ 25°16'	1,4652
6	—	158/160	17	0,868	+ 22°50'	1,4643
7	—	160/165	5	0,871	+ 18°44'	1,4640
8	résidu	—	—	—	—	—

d-α-pinène. — Les portions 4, 5, 6 qui possèdent une odeur térébenthinée, ont été réunies (86 grs). Elles sont constituées en majeure partie par du *d-α*-pinène qui a été identifié selon WALLACH (91) par la formation d'un nitroso-chlorure. A un mélange de 5 grs de cette portion, 5 grs d'acide acétique cristallisable et 5 grs de nitrite d'éthyle, on ajoute peu à peu, en refroidissant énergiquement, 1,5 gr. d'acide chlorhydrique pur. Le nitroso-chlorure qui se forme avec un très mauvais rendement, a été essoré et cristallisé dans un mélange de chloroforme et d'alcool méthylique. Son point de fusion est de 103/104°. L'essai de mélange avec le nitroso-chlorure du *d-α*-pinène de l'essence de térébenthine a été concluant. Un essai d'oxydation permanganique en vue d'obtenir de l'acide pinonique a été négatif.

Le *d-α*-pinène est extrêmement répandu dans la nature. Sa présence a déjà été signalée dans l'essence de lavandin par J. SFIRAS et L. VANDERSTREEK (50). L'essence de lavandin en contient environ 4,5%.

Des essais de condensation des fractions ayant un point d'ébullition supérieur, avec l'anhydride maléique, en vue de rechercher l'ocimène, carbure aliphatique possédant une double liaison conjuguée, ont été infructueux. Sa présence avait été signalée par les auteurs précédents (50).

Bisabolène. — On a vu que lorsque la température n'est pas poussée très haut lors de la boratisation (page 39), les sesquiterpènes restaient éventuellement avec les esters boriques. Les fractions de queue du fractionnement des alcools libres (fractions 28, 29, 30 et 31 du tableau n° 2) ont été réunies (p = 172 grs) et distillées à 3 reprises sur 5% de sodium, sous une pression de 4 m/m. On a obtenu finalement les portions suivantes :

Fraction	Pression m/m	T° de distillation	Poids obtenu (grs)	d_{15}	α_D 20°	n_D 20°
1	4	110°	7	0,923	— 17°46'	1,4986
2	—	112/115°	88	0,925	— 19°56'	1,4988
3	—	120°	11	0,913	— 19°	1,4988
4	résidu	—	—	—	—	—

50 grs de la fraction 2 ont été dissous dans 250 grs d'éther anhydre. En faisant barboter dans cette solution un courant gazeux d'acide chlorhydrique, à la température de 0°, on a obtenu une précipitation de chlorhydrate qui, après essorage et recristallisation dans l'alcool à 96° bouillant, a fourni de jolies paillettes fondant à 79/80°. Ce chlorydrate est un trichlorydrate et le dosage du chlore a donné les résultats suivants :

Cl trouvé = 33,53% ; Cl calculé pour $C^{15} H^{24}$ 3HCl = 33,97%.

Le sesquiterpène a été régénéré de son trichlorhydrate en portant à l'ébullition au bain-marie pendant 8 heures une solution de 15 grs de chlorhydrate dans 250 grs de solution alcoolique de potasse à 8%. Après dilution à l'eau, le sesquiterpène a été extrait à l'éther. Après neutralisation, séchage et concentration, on a obtenu 9 grs d'un sesquiterpène qui a été fractionné dans un ballon de Widmer, sous un vide de 4 m/m et dont la fraction principale avait les constantes suivantes :

E_4 = 118° ; d_{15} = 0,8818 ; a_D 20° = — 1° ; n_D 20° = 1,4900.

Les valeurs de la densité et de l'indice de réfraction semblent indiquer qu'il s'agit d'un sesquiterpène monocyclique. Le point de fusion 79/80° est celui du trichlorhydrate de bisabolène, sesquiterpène monocyclique assez rare dans la nature.

Nous avons préparé du bisabolène à partir de l'essence d'Opoponax Bdelium (myrrhe bisabol). Son trichlorhydrate obtenu suivant la technique précédemment décrite fondait à 79/80°. Le mélange des deux trichlorhydrates ne présentait pas de dépression du point de fusion.

La présence du bisabolène vient d'être signalée dans l'essence de lavande par C.F. Seidel, H. Schintz et P.H. Muller (102). L'essence de lavandin contient environ 0,5% de bisabolène.

Aldéhydes

100 kgs d'essence de lavandin ont été traités par 5 kgs d'une solution de bisulfite de sodium à 5%. Ce traitement a été fait pendant 2 heures, sous violente agitation mécanique, à la température ordinaire. Après décantation, la solution bisulfitique a été épuisée à l'éther de pétrole (3 lavages de 500 cm^3). Les aldéhydes ont été libérés par addition de 5 kgs d'une solution de carbonate de soude à 2 %, en présence d'éther-oxyde. La libération a été faite en 2 stades, d'abord à froid, puis à 50° environ. Les solutions éthérées après neutralisation et lavages ont été concentrées sous pression atmosphérique. Les 27 grs d'aldéhydes bruts obtenus ont été purifiés par un deuxième traitement bisulfitique, dans des conditions identiques au premier traitement, mais en employant seulement 1 kilo de solution. On a obtenu finalement 8 grs d'aldéhydes possédant une odeur grasse, assez désagréable, à note cuminique, qui ont été fractionnés dans un ballon à colonne Widmer de 6 tores, d'abord à la pression atmosphérique, puis sous pression réduite. Les résultats suivants ont été obtenus :

Fraction	Pression m/m	T° de distillation	Poids obtenu (grs)	d_{15}	n_D 20°
1	745	125/150°	2,5	0,834	1,4285
2	8	60/80°	0,4	0,896	1,4630
3	8	105/110°	4	0,989	1,5280
résidus	—	—	—	—	—

n-hexanal. — La fraction 1 possède une odeur puissante d'aldéhydes gras inférieurs. Elle a donné un mélange de semicarbazones qui après de laborieuses cristallisations fractionnées dans l'alcool dilué a fourni une semicarbazone (1,4 gr.) qui fondait à 115° après cristallisation dans l'éther de pétrole.

Cette semicarbazone ne donnait pas de dépression du point de fusion en mélange avec la semicarbazone du *n*-hexanal obtenu par oxydation ménagée du *n*-hexanol-(1) au moyen du mélange de Beckmann et dont les constantes étaient les suivantes :

$$E_{750} = 126° \; ; \; d_{15} = 0,826 \; ; \; n_D \; 20° = 1,4056.$$

Cette semicarbazone traitée par la vapeur d'eau en présence de son poids d'acide oxalique, a fourni 0,4 gr. de *n*-hexanal (n_D 20° = 1,4060). L'action de la 2,4-dinitrophénylhydrazine en milieu acétique a donné après purification dans l'alcool à 96° bouillant des aiguilles rouges de la 2,4-dinitrophénylhydrazone du *n*-hexanal, F = 109° (essai de mélange). Le *n*-hexanal est très rare dans les huiles essentielles. Il n'a été signalé avec certitude que dans l'essence d'eucalyptus globulus (92). Il possède une odeur puissante, animale et désagréable. L'essence de lavandin n'en contient que des traces.

n-octanal. — Dans les eaux-mères de cristallisation de la semicarbazone la fraction I (F = 80° environ) a donné après de nombreuses cristallisations une semicarbazone F = 99° qui est celle du *n*-octanal. En mélange avec la semicarbazone de l'octanal de synthèse, on n'a pas eu d'abaissement du point de fusion. Le traitement de cette semicarbazone par la vapeur d'eau en présence de son poids d'acide oxalique, a fourni du *n*- octanal (n_D 20° = 1,4230) qui a donné, par action de la 2,4-dinitrophénylhydrazine en milieu acétique, une 2,4-dinitrophénylhydrazone. Après cristallisation dans l'alcool à 96° bouillant, elle fondait à 105° (essai de mélange). Par action de la thiosemicarbazide on a obtenu une thiosemicarbazone, F = 95° (essai de mélange).

L'aldéhyde octylique est très rare dans les huiles essentielles. C'est notamment le principal aldéhyde de l'essence de Portugal Guinée (93). L. Benezet l'a identifié dans l'essence de lavande qui en contient 0,03% (94). L'essence de lavandin en contient des traces.

Aldéhyde cuminique. — Le traitement de la fraction 4 au moyen du chlorhydrate de semicarbazide, en présence d'acétate de soude, a

fourni une semicarbazone qui après cristallisations dans l'alcool à 96° fondait à 225°. C'est la semicarbazone de l'aldéhyde cuminique. Elle ne donne pas de dépression du point de fusion en mélange avec la semicarbazone de l'aldéhyde cuminique retirée de l'essence de cumin L'action de la vapeur d'eau sur cette semicarbazone en présence d'acide oxalique a donné de l'aldéhyde cuminique (n_D 20° = 1,5308) dont la 2,4-dinitrophénylhydrazone, préparée de la manière classique et cristallisée dans l'acide acétique, se présente sous la forme de cristaux rouges et fond à 239/240° (essai de mélange).

Oxydée par le nitrate d'argent en présence de baryte, l'aldéhyde régénéré de sa semicarbazone a donné après cristallisations un acide fondant à 115° et dont le dérivé *p*-bromophénacylé avait un point de fusion de 121°. Cet acide est donc l'acide cuminique. Ces deux dérivés ne donnaient pas de dépression des points de fusion par mélange avec l'acide cuminique et son ester *p*-bromophénacylé.

L'aldéhyde cuminique est un constituant assez fréquent des huiles essentielles. L. Benezet l'a identifié dans l'essence de lavande qui en contient 0,028% (95). L'essence de lavandin en contient des traces.

Furfural. — Le furfural, très soluble dans l'eau, a été recherché dans les eaux provenant de la distillation de l'essence. La réaction au chlorhydrate d'aniline + aniline a été faiblement positive.

Phénols

Les phénols et lactones libérés de leur solution sodique par carbonatation ont été précédemment épuisés par l'éther. Après lavage et concentration sous pression réduite, on a obtenu, pour 50 kgs d'essence de lavandin, 10,5 grs d'un mélange de phénols + lactones qui a été fractionné sous pression réduite au moyen d'une colonne Vigreux à 6 plateaux. On a obtenu les fractions suivantes :

Fraction	Pression m/m	T° de distillation	Poids obtenu (grs)	d_{15}	n_D 20°
1	8	80/95°	1,5	—	1,5536
2	8	115°	6	1,0710	1,5400
3	8	115/130°	0,7	—	1,5319
4	8	130/138°	1,5	—	—
5	résidu	(cristallis.)	—	—	—

La fraction 2 qui colore en bleu la solution de chlorure ferrique est constituée par de l'eugénol, dont nous avons préparé le naphtyluréthanne, le benzoate et l'éther 2,4-dinitrophénylique.

1 gr. de la fraction et 0,5 gr. d'isocyanate de phényle ont été chauffés 1 minute sur une petite flamme. L'excès d'isocyanate de phényle a été éliminé au moyen d'éther de pétrole bouillant. Le naphtyluréthane a été cristallisé à plusieurs reprises dans l'éther de pétrole. Il fond à

123° et ne donne pas de dépression du point de fusion en mélange avec le naphtyluréthanne de l'eugénol extrait de l'essence de girofle.

Le benzoate a été préparé selon SCHOTTEN-BAUMANN (96). 0,8 gr. de la fraction 1 et 0,5 gr. de pyridine anhydre sont dissous dans 2 cm³ de chloroforme. On ajoute 1,5 gr. de chlorure de benzoyle dissous dans 10 cm³ de chloroforme et l'on chauffe le tout 2 heures au bain-marie à reflux. Après refroidissement, on lave à l'acide chlorhydrique à 5%, puis au carbonate de soude à 5% et ensuite à l'eau chaude. On concentre et on essore.

Les cristaux obtenus, repris à plusieurs reprises à l'alcool dilué, fondent à 70° (essai de mélange avec le benzoate d'eugénol).

0,5 gr. de la fraction 2 et 0,15 gr. de soude, dissous dans 10 cm³ d'eau, ont été mélangés à une solution de 0,7 gr. de 2,4-dinitrochlorobenzène dans 30 cm³ d'alcool à 96° ; le tout a été porté au bain-marie à reflux pendant 2 heures. Après refroidissement un précipité s'est produit ; essoré, lavé à l'eau et recristallisé dans l'alcool à 96°, il a fourni de fines aiguilles jaunes de l'éther 2,4-dinitrophénylique de l'eugénol, fondant à 115° (97). L'essai de mélange a été concluant.

La fraction 3, recristallisée dans l'eau bouillante, fond à 70°. Elle est constituée par de la coumarine.

L'eugénol est extrêmement fréquent dans les huiles essentielles (98). Sa présence a été notamment signalée dans l'essence de lavande (99). L'essence de lavandin en contient des traces.

Lactones

Lors de la carbonatation de la lessive de neutralisation des acides libres s'est précipité un produit pulvérulent qui a été éliminé par filtration (p = 24 grs). Ce produit possède une agréable odeur de foin coupé. Après plusieurs cristallisations dans l'eau bouillante, il a donné des paillettes incolores, à saveur amère, de coumarine. Son point de fusion, F = 69/70°, n'a pas présenté de dépression en mélange avec la coumarine de synthèse.

L'acide *o*-coumarique préparé par saponification au moyen d'éthylate de sodium fondait à 208° (essai de mélange avec l'acide *o*-coumarique de la coumarine de synthèse).

Une partie de la coumarine a été retrouvée dans les queues du fractionnement des phénols ; il est d'ailleurs probable qu'une grande partie est restée dans l'essence lors de l'élimination des acides par la soude.

Il est difficile à cause de ces raisons d'estimer exactement le pourcentage de coumarine contenu dans l'essence de lavandin.

La coumarine est très répandue dans le règne végétal. Relativement peu entraînable à la vapeur d'eau, on la trouve surtout dans les produits d'extraction par les solvants volatils. Elle a été signalée dans l'essence de lavande par SCHIMMEL et Cie (100).

L'essence de lavandin contient très approximativement de 0,1 à 0,2% de coumarine.

Acides Libres

50 kgs de lavandin (I.A. = 0,56) ont été épuisés au moyen d'un agitateur mécanique, pendant 2 heures, par 5 kgs d'une solution de soude à 3%. Après décantation, la solution sodique a été épuisée à 3 reprises par 500 cm^3 de benzène. Cette solution contient à l'état de sels de soude les acides libres, les phénols et une partie des lactones. Elle a été carbonatée pendant plusieurs heures pour éliminer les phénols et les lactones. Pendant la carbonatation s'est précipité un produit pulvérulent qui a été séparé par filtration. La solution carbonatée a été ensuite épuisée à 3 reprises par 250 cm^3 d'éther.

Les sels de soude des acides libres ont été ensuite traités de la même manière que les sels de soude des acides combinés (décomposition par l'acide sulfurique dilué ; entraînement des acides solubles ; décantation des acides insolubles).

Acide acétique. — Les acides solubles ont été estérifiés par l'alcool butylique. Cette estérification a donné 6 grs d'un mélange d'esters butyliques (I.E. = 415) dans lequel l'acide acétique a été identifié par la formation de son ester *p*-bromophénacylé, F = 86° (essai de mélange).

Acide butyrique. — Ces esters contiennent également l'ester butyrique. Par cristallisation fractionnée, on a pu avec difficulté obtenir un ester *p*-bromophénacylé fondant à 60/61° et qui ne donne pas de dépression de point de fusion en mélange avec l'ester *p*-bromophénacylé de l'acide butyrique pur.

Acide caproïque. — Les acides insolubles (*p* = 18,5 grs) ont été transformés en esters éthyliques (*p* = 15 grs) qui ont été fractionnés au moyen d'une colonne Widmer de 6 tores, sous un vide de 15 m/m, avec le résultat suivant :

Fraction	T° de distillation	Poids obtenu (grs)	d_{15}	n_D 20°	I. E.
1	70/75°	8,5	0,878	1,4156	405
2	95°	1,2	0,900	1,4306	309
3	115/125	2	0,977	1,4605	292
4	résidu	3	—	—	—

La fraction 1 qui possède une agréable odeur fruitée est du caproate d'éthyle. L'acide caproïque a été identifié par la préparation de son ester *p*-bromophénacylé, F = 72° (essai de mélange).

La fraction 3 est constituée par un ester ou un mélange d'esters d'acides non saturés. Elle décolore le brome chloroformique et son odeur fruitée rappelle celle du benzoate d'éthyle. Nous n'avons pas pu l'identifier.

L'essence de lavandin renferme des traces (0,06%) exprimé en acide acétique) d'acides acétique, butyrique, caproïque et de un ou plusieurs acides non saturés libres. Ces acides proviennent sans doute de la saponification des esters lors de la distillation. La présence des acides acétique, butyrique et caproïque avait déjà été signalée dans l'essence de lavande (101).

CINQUIÈME PARTIE

Évolution de l'Essence au cours de l'Évolution Florale

Sommaire

Avant-Propos
Variation du Rendement
Évolution des Constantes Physiques
Évolution des Constantes Chimiques
Évolution Olfactive
Conclusion

CINQUIÈME PARTIE

Évolution de l'Essence au cours de l'Évolution Florale

Avant-Propos

L'apparition des composés odorants dans l'organisme végétal a excité depuis longtemps la curiosité des savants, au double point de vue chimique et physiologique. En France, Charabot et Gatin (103), les premiers, ont étudié avec méthode les mécanismes chimiques qui régissent dans la plante les métamorphoses des composés odorants.

Une étude détaillée des transformations de ces produits au cours de l'évolution florale sortirait du cadre de la présente étude et nous ne ferons ici qu'ébaucher cet important problème.

Les fleurs étudiées provenaient d'une culture de lavandin de qualité "Standard", faite aux environs de Riez (Basses-Alpes), à l'altitude de 600 mètres environ. La culture faite sur un plateau (ancienne terrasse glaciaire) était âgée de 6 ans ; les plants étaient issus à l'origine, par boutures, d'une même plante, choisie pour sa rusticité, son bon rendement en essence à l'hectare et la bonne qualité olfactive de l'essence obtenue.

Les coupes des fleurs ont été faites en prenant un pied sur deux dans chaque rangée, afin d'obvier au défaut d'homogénéité. Les distillations ont été faites dans un même alambic en cuivre, chauffé à feu nu, d'une capacité totale de 60 litres. Les fleurs étaient séparées de l'eau par une tôle perforée, afin d'éviter l'action hydrolysante de l'eau.

Le poids des fleurs distillées lors de chaque opération a été de 13 kilos jusqu'au 19 août ; à partir du 26 août il a été de 10 kilos, les fleurs beaucoup plus sèches n'ayant plus la même densité et occupant le même volume. La même quantité d'eau — 13 litres — a toujours été employée et nous avons recueilli 11 litres d'eau à chaque distillation, quantité largement suffisante pour entraîner la totalité de l'essence. La durée de chaque distillation a varié entre 1 h. 20' et 1 h. 35'.

Variation du Rendement

Aux environs du 1er juin, quelques épis commençaient à avoir des calices bleus ; ces épis, froissés à la main, dégageaient une odeur camphrée qui était à peine perceptible pendant les derniers jours du mois de mai.

La première distillation a été faite le 10 juin, alors que le quart des épis montrait des calices bleus ; le poids de l'essence obtenue a été de 21 grammes pour 13 kilos de fleurs, soit un rendement de 0,161%. La distillation a été poursuivie toutes les semaines. En cinq semaines l'évolution florale, favorisée par un beau temps sec et ensoleillé, a été très rapide. Du 10 juin au 1er juillet, la presque totalité des épis possédait des calices colorés ; quelques corolles commençaient à s'épanouir et le 15 juillet les deux tiers des calices étaient épanouis, donnant aux cultures leur aspect si caractéristique.

Le rendement était passé par les chiffres suivants : 0,161% — 0,238% — 0,592% — 0,738% — 0,884% — 1,11%. En cinq semaines d'évolution florale rapide, le rendement est passé de 1 à 7, en partant d'un rendement tès faible de 0,161%, pour arriver au rendement normal de 1,11%. Les essais de distillation ont été continués ensuite de semaine en semaine, en notant soigneusement les signes de l'évolution florale. On peut dire qu'à partir du moment où les fleurs étaient épanouies jusqu'au moment où les fleurs ont été entièrement fanées (période de 9 semaines), le rendement n'a pratiquement pas varié (figure VI ; Tableau n° 5).

Les rendements des deux dernières distillations, apparemment plus élevés, sont dûs au séchage partiel des fleurs sur la plante.

Il ressort donc de ces chiffres que la distillation normale peut commencer à partir du moment où toutes les fleurs sont épanouies, vers la fin juillet. Elle peut continuer sans aucune perte pendant le mois d'août et pendant les deux premières semaines du mois de septembre.

Évolution des Constantes Physiques

L'examen des constantes physiques est trés intéressant au point de vue de l'apparition des constituants odorants dans l'essence.

En effet, la densité des premiers essais est élevée ; elle baisse rapidement, pour devenir normale à partir de l'essai de distillation n° 5. L'examen des valeurs du pouvoir rotatoire est encore plus caractéristique, car l'essence, dextrogyre au début, devient lévogyre à partir de l'essai n° 4 et devient normale à partir de l'essai n° 5.

L'indice de réfraction présente également au début des anomalies, car il est élevé ; il devient normal rapidement, à partir de l'essai n° 5.

Les valeurs de la dispersion du pouvoir rotatoire optique sont très fortes (i/v = 4,36 ; i/j = 6,89), par rapport aux valeurs habituelles, dans l'essence de l'essai n° 3. Ces valeurs sont dues à la teneur élevée en éléments dextrogyres de l'essence, dont les déviations sont les suivantes :

$$\alpha_i = + 5°24' \quad ; \quad \alpha_v = + 1°2' \quad ; \quad \alpha_j = + 0°76'.$$

Les rapports de dispersion fortement supérieurs à l'unité sont donc produits par un corps ou plusieurs corps dextrogyres fortement actifs dans l'indigo.

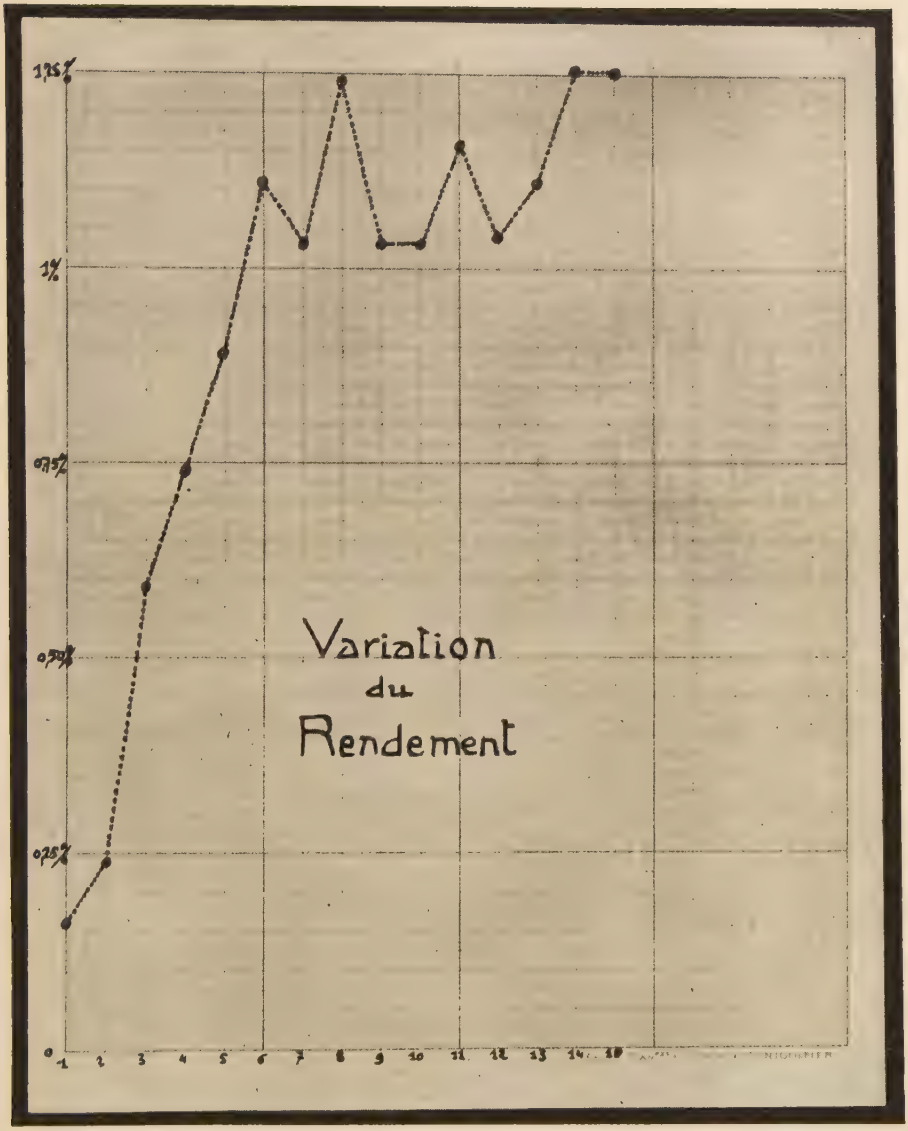
1,25%
1%
0,75%
0,50%
0,25%
0
1 2 3 4 5 6 7 8 9 10 11 12 13 14 15
Variation
du
Rendement

Fig. VI.

TABLEAU N° 5

N° des essais	Date de la distillation	Poids de fleurs distillé	Essence recueillie	Rendement %	Evolution florale	Conditions atmosphériques
1	10 juin	13 kgs	21 grs	0,161	le quart des épis montre des calices bleus	beau temps calme
2	17 juin	13 kgs	31 grs	0,238	la moitié des épis a des calices bleus	beau temps calme
3	24 juin	13 kgs	77 grs	0,592	les trois quarts des épis ont des calices bleus	beau temps calme
4	1er juil.	13 kgs	96 grs	0,738	la presque totalité des épis a des calices colorés, quelques corolles sont épanouies	beau temps calme
5	8 juil.	13 kgs	115 grs	0,884	le tiers des épis est épanoui	vent froid
6	15 juil.	13 kgs	145 grs	1,11	les deux tiers des calices sont épanouis	beau temps calme
7	22 juil.	13 kgs	135 grs	1,03	toutes les fleurs sont épanouies	vent chaud léger
8	29 juil.	13 kgs	162 grs	1,24	la moitié des corolles est fanée	chaud, orageux
9	5 août	13 kgs	135 grs	1,03	les trois quarts des corolles sont fanées	vent froid
10	12 août	13 kgs	135 grs	1,03	toutes les corolles sont tombées	vent très froid
11	19 août	13 kgs	130 grs	1,16	toutes les corolles sont tombées	temps calme
12	26 août	10 kgs	104 grs	1,04	toutes les corolles sont tombées	vent chaud
13	2 sept.	10 kgs	111 grs	1,11	plus de corolles, les tiges sont vertes	temps calme
14	9 sept.	9,5 kgs	120 grs	1,26	les fleurs sont fanées, mais les tiges vertes	vent
15	16 sept.	10 kgs	126 grs	1,26	les fleurs sont fanées, mais les tiges vertes	temps ch. orageux

On peut conclure qu'au début de sa formation l'essence contient un composé ou des composés dextrogyres, à densité et à indice de réfraction plus élevés que les constituants habituels. Les constantes physiques deviennent pratiquement normales à partir de l'essai n° 5, au moment où le rendement devient presque normal.

On peut donc estimer que le composé ou les composés dextrogyres, à densité et à indice de réfraction élevés, existent au début en assez forte proportion dans l'essence et que leur pourcentage diminue rapidement à mesure de l'évolution florale, pendant qu'apparaissent des constituants normaux lévogyres, à densité et à indice de réfraction moins élevés (figures VII, VIII, IX ; Tableau n° 6).

Évolution des Constantes Chimiques

Si nous examinons l'indice d'esters de chacun des essais, nous voyons qu'il devient normal pour l'essai n° 5. En effet, la teneur % en esters (exprimée en acétate de linalyle) passe par les valeurs suivantes :

13,23 ; 16,91 ; 15,56 ; 20,6.

pour arriver à 21,58, teneur normale pour la qualité étudiée. La teneur en alcools libres (exprimée en alcools $C^{10}H^{18}O$ et déterminée par la méthode de formylation à froid de Glichitch) augmente rapidement, en partant du chiffre de 36,58%, pour arriver au chiffre normal de 46,76% pour la cinquième distillation. Elle est toutefois montée au chiffre extrême de 57,7% pour l'essai de distillation fait le 16 septembre.

La teneur en alcools totaux atteint également sa valeur habituelle minimum au cinquième essai : 63,7%. Toutefois, cette teneur continue à augmenter jusqu'à la valeur extrême de 72,1%, obtenue dans l'essai de distillation du 5 août. Les indices de carbonyle déterminés à froid et à chaud ont une valeur maximum dans le premier essai de distillation et baissent régulièrement ensuite, pour atteindre des valeurs limites moyennes lors de la sixième distillation, le 15 juillet. Ils demeurent ensuite pratiquement constants jusqu'à la fin des essais.

L'examen détaillé des constantes chimiques est également très intéressant au point de vue de l'apparition des constituants odorants. Il confirme les suggestions faites précédemment.

Au début de la floraison, la teneur en esters et en alcool est faible. Ces teneurs augmentent rapidement, pour devenir pratiquement normales vers la mi-juillet.

Par contre, la diminution progressive des indices de carbonyle (bien que cette méthode imprécise n'ait qu'une valeur relative) montre la baisse de la teneur en produits carbonylés pendant les quatres premières semaines de l'évolution florale. La teneur en produits carbonylés devient constante à partir du 15 juillet (figures X, XI ; Tableau n° 7).

Évolution Olfactive

L'étude olfactive comparative des essences obtenues pendant les différentes périodes florales montre qu'un profond changement d'odeur se produit à partir du cinquième essai de distillation. Les essences obtenues pendant les trois premiers essais ont une odeur cinéolée, bornéolée

TABLEAU N° 6

CONSTANTES PHYSIQUES

N° des essais	Date de la distillation	d_{15}	α_D 25°	n_D 20°	Dispersion rotatoire		Solubilité alcool	
					i/v	i/j	70°	75°
1	10 juin	0.906	+ 2° 8'	1.4713	coloré	coloré	écl. >10	1v6 l. >3
2	17 juin	0.9026	+ 1° 2'	1.4683	coloré	coloré	3 v. l. > 5	1v8 op. >5
3	24 juin	0.9022	+ 0°28'	1,4660	4,36	6,89	3v2 sl.	
4	1er juil.	0.896	— 2°56'	1.4649	1,04	1,07	3v2 sl.	
5	8 juill	0,8926	— 3° 8'	1.4635	1,16	1,54	3v2 sl.	
6	15 juil.	0.8916	— 4°28'	1.4630	1,30	1,33	3v2 sl.	
7	22 juil.	0.8892	— 4°38'	1.4638	1,30	1,33	3 v. l. op. >5	
8	29 juil.	0.8906	— 4°30'	1.4638	1,30	1,34	4 v. sl.	
9	5 août	0.891	— 5°40'	1.4625	1,57	1,78	2v8 sl.	
10	12 août	0.891	— 4°56'	1.4625	1,55	1,72	2v8 sl.	
11	19 août	0.8912	— 4°40'	1.4622	1.52	1,74	2v1 sl.	
12	26 août	0.8896	— 3°40'	1.4620	1,50	1,75	2v4 sl.	
13	2 sept.	0.892	— 3°56'	1.4621	1,43	1,65	2v2 sl.	
14	9 sept.	0.892	— 3°54'	1,4620	1,43	1,65	2v2 sl.	
15	16 sept.	0.890	— 5°	1,4626	1,56	1,75	2v4 sl.	

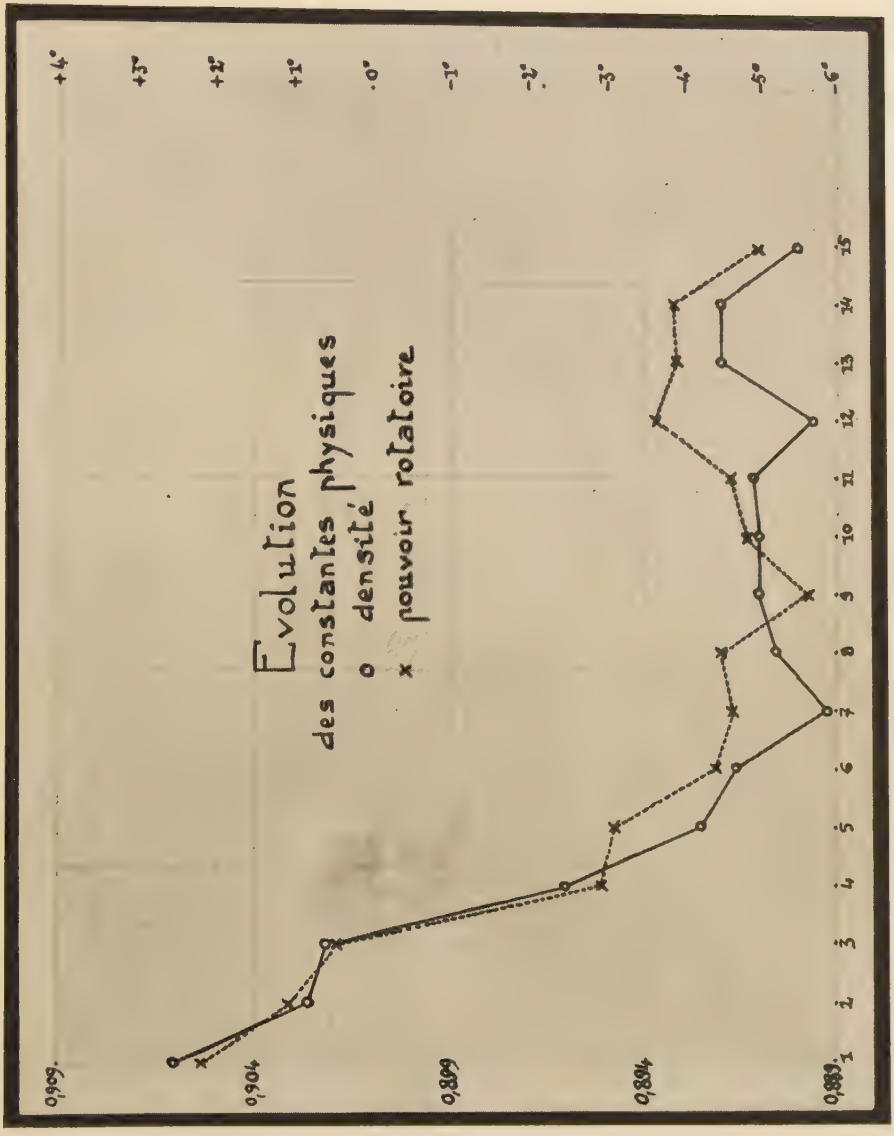
Evolution
des constantes physiques
o densité
x pouvoir rotatoire
0,909
0,904
0,899
0,894
0,889
+4°
+3°
+2°
+1°
0°
-1°
-2°
-3°
-4°
-5°
-6°
1
2
3
4
5
6
7
8
9
10
11
12
13
14
15

Fig. VII.

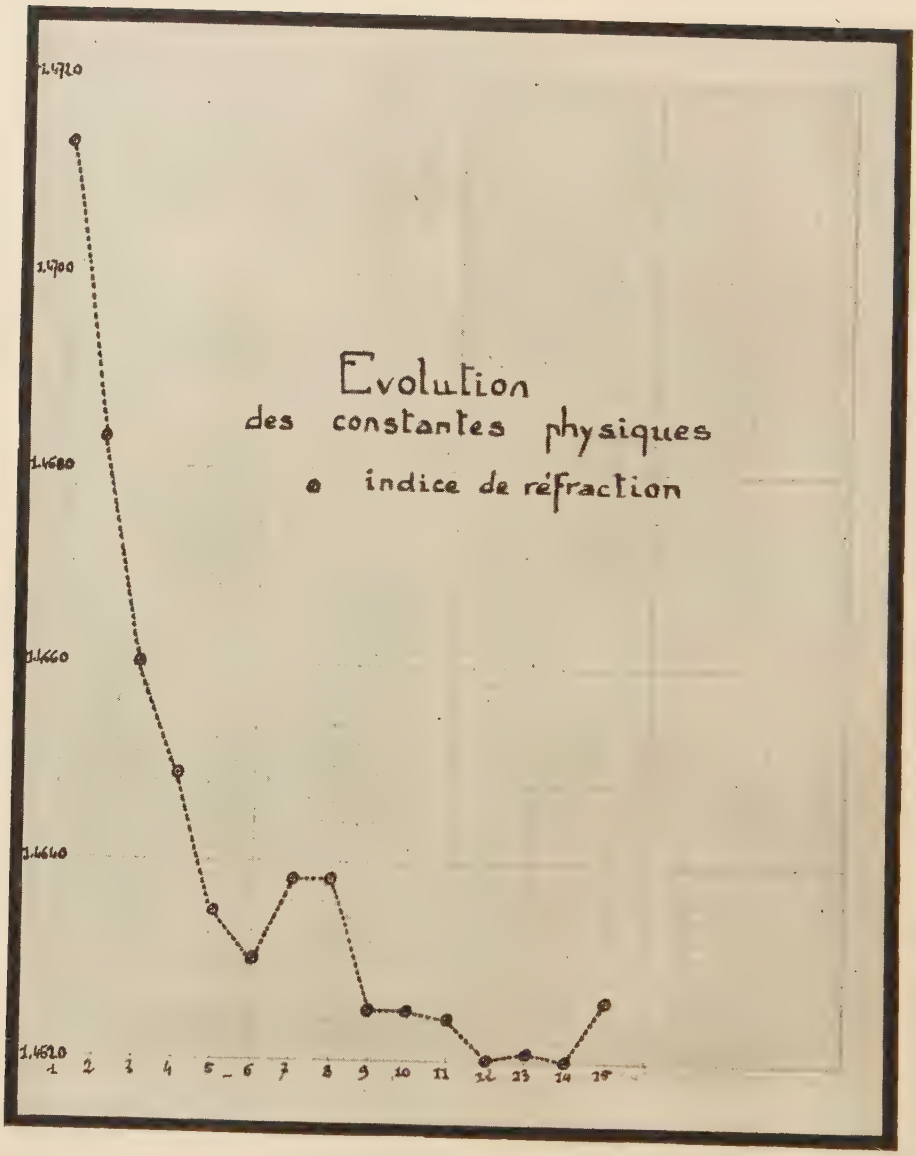
Evolution
des constantes physiques
indice de réfraction
1.4710
1.4700
1.4680
1.4660
1.4640
1.4620
1 2 3 4 5 6 7 8 9 10 11 12 13 14 15

Fig. VIII.

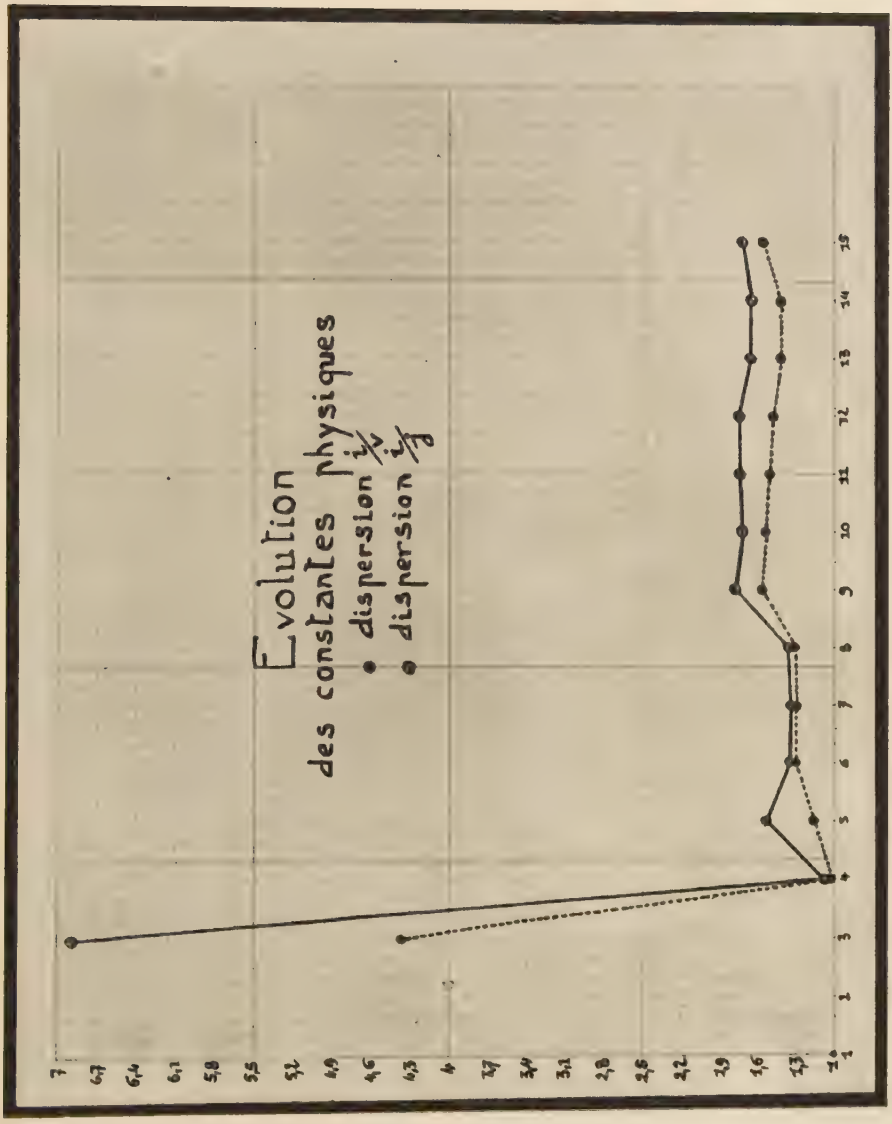
Evolution
des constantes physiques
• dispersion i_V
• dispersion $i_{\mathcal{F}}$
7
6,7
6,4
6,1
5,8
5,5
5,2
4,9
4,6
4,3
4
3,7
3,4
3,1
2,8
2,5
2,2
1,9
1,6
1,3
1,0
1
2
3
4
5
6
7
8
9
10
11
12
13
14
15

Fig. IX.

TABLEAU N° 7

LAVANDIN — CONSTANTES CHIMIQUES

N° des essais	Date de la distillation	I. E. après phtalis. pyridinée	I. A.	I. E.	Esters % (en acétate de linalyle)	I. E. après formyl. à froid	Alcools libres ($C^{10}H^{18}O$)	Alcools totaux ($C^{10}H^{18}O$)	Indice de carbonyle	
									à froid	à chaud
1	10 juin	4,1	0,84	37,8	13,23	144,2	36,58	42,34	14	29,4
2	17 juin	3,8	0,56	48,4	16,91	171,5	37,06	50,34	18,2	29,6
3	24 juin	3,2	0,42	44,45	15,56	187,6	43,45	55,67	16,8	29
4	1er juil.	3,2	0,42	58,92	20,6	202,3	43,9	60,1	9,8	22,6
5	8 juil.	3,2	0,42	61,72	21,58	213,5	46,76	63,7	9,8	22
6	15 juil.	3,2	0,42	61,72	21,58	216,3	47,92	64,66	7	18,8
7	22 juil.	3,2	0,56	60,5	21,20	221,2	49,57	66,13	7	17,8
8	29 juil.	3,2	0,56	57,05	20	226,8	53	67,9	7	17,4
9	5 août	3,2	0,42	56,11	19,61	238,4	56,3	72,1	7,6	17,8
10	12 août	3,58	0,42	56,71	19,85	241,2	56,5	72,5	7,6	17,5
11	19 août	3,58	0,42	58,92	20,6	235,68	55	71,2	7,32	17,5
12	26 août	3,2	0,56	65,23	22,8	230,4	56,3	69,2	7,32	17,5
13	2 sept.	3,2	0,56	60,32	21,1	238,4	55,4	72,1	7,6	17,62
14	9 sept.	3,2	0,56	63,13	22,07	238,5	56,1	71,9	7,32	17,3
15	16 sept.	3,2	0,70	58,92	20,60	244,08	57,7	73,1	7,32	17,3

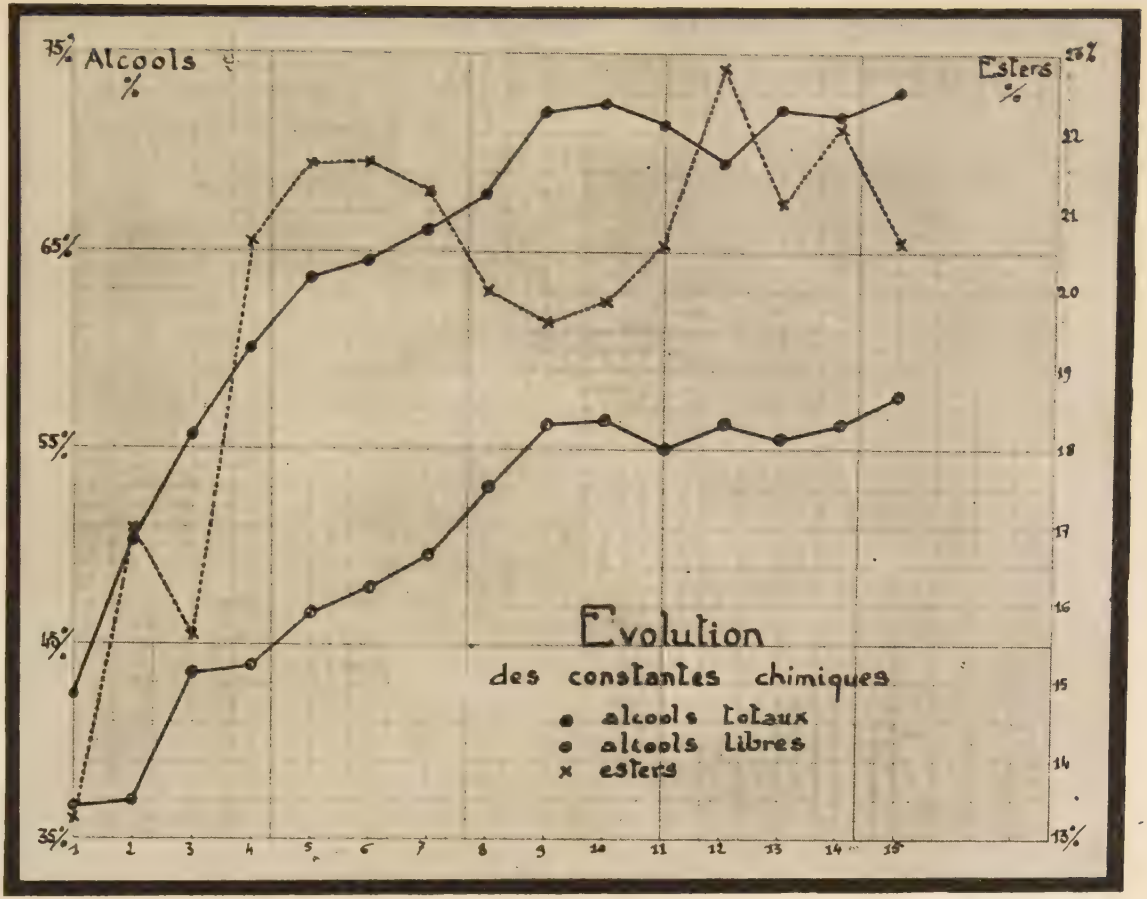
Alcools %
Esters %
75%
65%
55%
45%
35%
23%
22
21
20
19
18
17
16
15
14
13%
1 2 3 4 5 6 7 8 9 10 11 12 13 14 15
Evolution
des constantes chimiques
alcools totaux
alcools libres
esters

Fig. X.

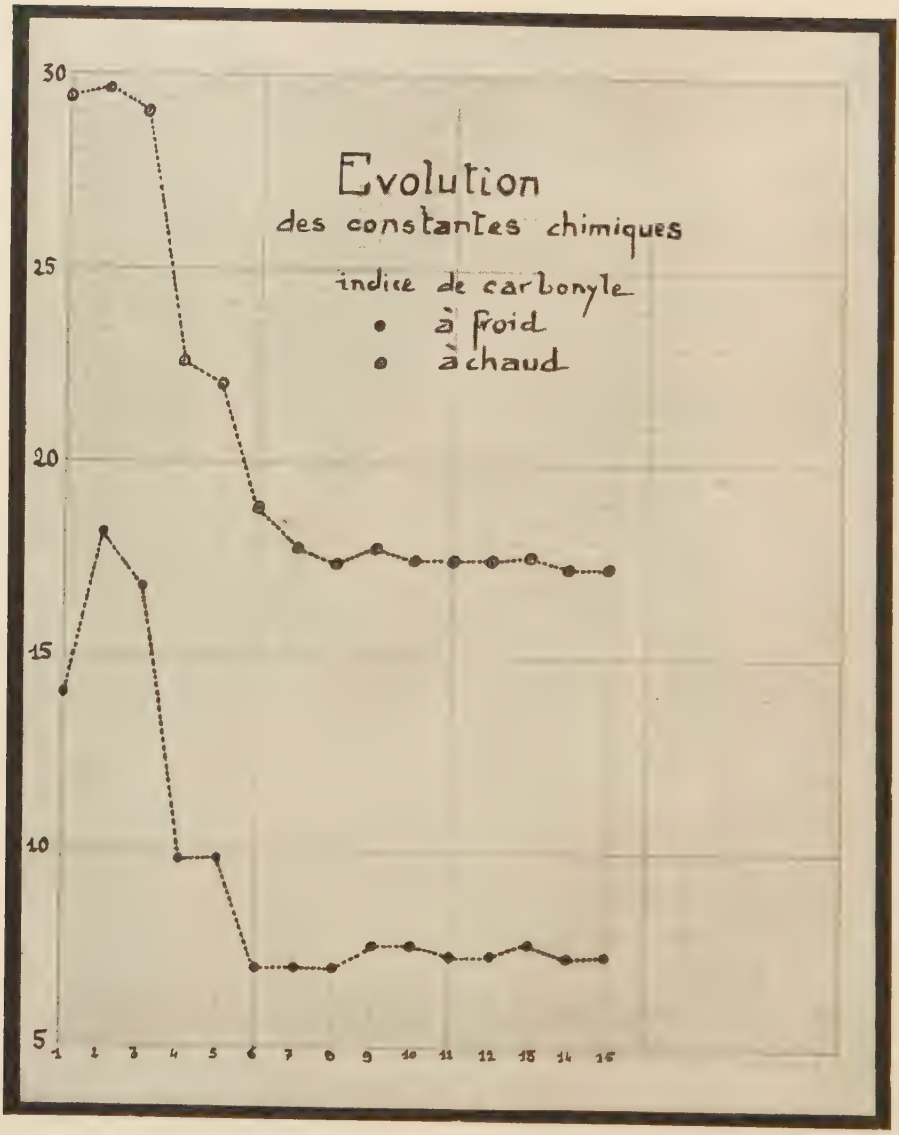
Evolution
des constantes chimiques
indice de carbonyle
à froid
à chaud
30
25
20
15
10
5
1
2
3
4
5
6
7
8
9
10
11
12
13
14
15

Fig. XI.

et surtout camphrée, qui les apparente de très près à l'essence d'aspic. Ces caractères grossiers s'atténuent dans l'essence du quatrième essai qui, moins aspiquée, s'affine, devient plus éthérée, et dont l'odeur commence à se rapprocher de celle du lavandin. A partir du cinquième essai, l'odeur de l'essence perd sa caractéristique camphrée qui la faisait ressembler à l'essence d'aspic. L'odeur aspiquée fait place à une note linalol, acétate de linalyle. La tonalité des essences suivantes, tout en s'affinant légèrement et en prenant à la fin de l'évaporation une note coumarine, reste lavandin sans modification.

Conclusion

Si nous comparons les variations du rendement, les éléments de l'évolution des constantes physico-chimiques et ceux de l'évolution olfactive, il est remarquable de constater que des changements considérables se font uniquement pendant la période préflorale ; on peut dire qu'à partir de la deuxième semaine de juillet (essais n° 5 et 6) jusqu'au moment où la presque totalité des calices est épanouie, l'huile essentielle élaborée par la plante est arrivée à son stade définitif : le rendement est constant, les constantes physico-chimiques et l'odeur ne varient presque plus, bien que la fleur ne soit pas arrivée à son stade végétatif terminal.

L'examen des constantes physiques et chimiques indique clairement quels sont les changements de la composition chimique qui se produisent dans l'essence.

En effet, la baisse rapide de la densité, de l'indice de réfraction, de la dispersion rotatoire, le changement de signe du pouvoir rotatoire, l'augmentation de la teneur en esters, en alcools, et la diminution de l'indice de carbonyle, montrent de façon éclatante que le camphre est l'élément dominant dans l'essence, au début de la période préflorale. Sa teneur diminue très rapidement et atteint une valeur limite dès la cinquième semaine. Pendant la période florale proprement dite, seule la teneur en alcools totaux (linalol) augmente de façon appréciable.

Contrairement à ce que Charabot et Gatin ont constaté chez la lavande (103) où "la proportion d'alcools libres et la proportion d'alcool total diminue jusqu'au moment du complet épanouissement des fleurs", la proportion de ces alcools augmente régulièrement jusqu'à l'épanouissement de la fleur et la proportion d'alcool libre augmente même jusqu'au stade végétatif ultime.

L'examen olfactif confirme pleinement les résultats analytiques : l'odeur de l'essence des premiers essais est extrêmement camphrée ; elle s'affine ensuite en perdant peu à peu cette caractéristique grossière.

Il est extrêmement curieux de voir que l'essence produite pendant la période préflorale ressemble fortement à l'essence d'aspic, au point de vue olfactif (odeur camphrée, cinéolée, bornéolée). Puis ces caractères s'atténuent, cependant que l'odeur de lavande apparaît (linalol, acétate de linalyle, coumarine) et dilue suffisamment l'odeur grossière du début pour aboutir finalement à l'odeur agréable, fine et caractéristique du lavandin.

SIXIÈME PARTIE

Conclusions

SIXIÈME PARTIE

Conclusions

Au cours du présent travail, nous avons montré que l'essence de lavandin, hybride naturel de la lavande vraie et de l'aspic, avait atteint dans le Sud-Est de la France une importance commerciale et économique considérable.

Nous avons étudié, sur un nombre extrêmement important d'échantillons, les constantes analytiques extrêmes et normales des essences produites de façon industrielle.

Au cours de la partie principale de cette étude, nous avons examiné la constitution chimique de l'essence de lavandin. Cette composition chimique peut être résumée approximativement, pour l'essence étudiée, de la façon suivante (voir Tableau N° 8).

Le camphre, le *d*-α-pinène, avaient été isolés et identifiés avant notre étude. La présence du linalol, de l'acétate de linalyle et du bornéol avait été simplement pressentie. Nous avons isolé et identifié, par des dérivés cristallisés caractéristiques, les corps suivants :

n-hexanol
d-*n*-octanol-(3)
l-linalol
d-bornéol
géraniol
acétate d'hexyle
acétate de *d*-*n*-octyle
acétate de linalyle
un ester butyrique
un ester caproïque
octanone-(3)
d-camphre
diacétyle
cinéol
d-pinène
bisabolène
n-hexanal
n-octanal
aldéhyde cuminique
furfural

TABLEAU N° 8

Alcools tertiaires libres		43-44 %
Linalol	43-44 %	
Alcools primaires et secondaires libres		4,40-6,80 %
n-hexanol	0,5 %	
d-*n*-octanol	0,6-1 %	
Bornéol	3-5 %	
Géraniol	0,3 %	
Alcools sesquiterpéniques	1 %	
Esters		23,50 %
Acétate d'hexyle	0,8-0,9 %	
Acétate de *d*-*n*-octyle	0,27 %	
Acétate de linalyle	20 %	
Esters butyriques	traces	
Esters caproïques	traces	
Cétones		8,10 %
n-octanone-(3)	1,6 %	
d-camphre	6,5 %	
Diacétyle	traces	
Oxydes		4,80 %
Cinéol	4,8 %	
Hydrocarbures		5 %
d-α-pinène	4,5 %	
Bisabolène	0,5 %	
Aldéhydes		traces
n-hexanal	traces	
n-octanal	traces	
Aldéhyde cuminique	traces	
Furfural	traces	
Phénols		traces
Eugénol	traces	
Lactones		traces
Coumarine	traces	
Acides libres		traces
Acide acétique	traces	
Acide butyrique	traces	
Acide caproïque	traces	
Acides non saturés	traces	

eugénol
coumarine
acide acétique
acide butyrique
acide caproïque

Nous avons confirmé la présence du *d*-camphre et du *d*-α-pinène. Par contre, nous n'avons pas rencontré dans l'essence étudiée l'ocimène et l'octène-1-ol-(3). Nous avons établi approximativement la teneur de ces corps dans l'essence de lavandin étudiée, et examiné chaque fois si les essences de lavande vraie et d'aspic contenaient ces corps et en quelle proportion.

Nous avons montré que l'essence de lavandin diffère considérablement de l'essence de lavande, au point de vue de ses constantes analytiques, par les valeurs de sa dispersion rotatoire et de son indice de carbonyle à chaud. En ce qui concerne sa constitution chimique, l'essence de lavandin contient des quantités importantes de camphre, de bornéol et de cinéol qui tout en lui donnant son originalité olfactive, la différencient fortement de l'essence de lavande.

Enfin, nous avons étudié l'évolution de l'essence de lavandin au cours de l'évolution florale. Nous avons montré que des changements considérables se font pendant la période préflorale. La teneur en camphre, cétone qui est l'élément capital au début de cette période, baisse rapidement tandis que la teneur en alcools libres et en esters devient normale pendant la période florale proprement dite. L'examen olfactif confirme les résultats analytiques et l'essence qui au début de la période préflorale ressemblait fortement à celle d'aspic, s'affine pendant que l'odeur de lavande apparaît.

Bibliographie

Bibliographie

1 — Abrial Claude et Gattefossé R.M. — Lavandes et Lavandins, *La Parfumerie Moderne*, Mars 1937, 83.

2 — Rolet Antonin. — Plantes à Parfum et Plantes aromatiques, Baillière et Fils, éditeurs, Paris, 297.

3 — Abrial M. et Gattefossé R.M. — Lavandins, *La Parfumerie Moderne*, Avril 1937, 133.

4 — Birckenstock M.A. — De l'influence de l'époque de la distillation et de l'hybridation sur la composition de quelques huiles essentielles, *Le Moniteur Scientifique*. Quesneville, Mars 1906, 352.

5 — Lamothe L. — Lavande, *La Parfumerie Moderne*, Septembre 1909, 2.

6 — Lamothe. — *Réveil Agricole de Marseille*, N° 1005, Juillet 1912.

7 — Gattefossé R.M. et Lamothe L. — Culture et Industrie des Plantes Aromatiques et des Plantes Médicinales de Montagne, *Editions Scientifiques Françaises*, Paris 1917.

8 — Humbert. — La Lavande, Rapport de la 1re Mission d'Etudes, notice N° 1, Décembre 1919. (Travaux de l'Office National des Matières premières végétales).

9 — Gattefossé Jean. — Les Lavandes françaises et leurs hybrides, *La Parfumerie Moderne*, Octobre 1921, 207.

10 — Fondard L. — Recherches morphologiques et biologiques sur les Lavandes, *Thèse*, Impr. Commerciale et Horticole, édit., Antibes, 1922.

11 — Giraud L. — Contribution à l'étude du Lavandin et de son essence, *Thèse*, Bosc Frères et Riou, édit. Lyon.

12 — Réalisation expérimentale de l'Hybride entre l'Aspic et la Lavande, *Les Parfums de France*, 1926, **44**, 319/325.

13 — R.M.G. — La Lavande et son Territoire, *La Parfumerie Moderne*, Août 1927, 191.

14 — A propos du Lavandin, *Les Parfums de France*, 1927, **55**, 278/279.

15 — Abrial, Belle et Bruyat. — Contribution à l'étude du Lavandin, *Petite Revue*, 22 Février 1931.

16 — Abrial, Belle et Bruyat. — Le Lavandin, *Alpes et Provence*, 15 Mars 1931.

17 — Réflexions sur la Culture du Lavandin, *Les Parfums de France*, 1931, **102**, 254/256.

18 — Arnaud R. et Igolen G. — L'emploi des Hormones de Croissance dans le Bouturage de la Lavande et du Lavandin, *Parfumerie*, Mars/Avril 1944, **2**, 41.

19 — Gattefossé R.M. — L'Aromathérapie, Girardot, édit., Paris, 1938.

20 — Gattefossé R.M. — Antiseptiques essentiels, Girardot, éd., Paris, 1938.

21 — Porcher-Pimpard. — Contribution à l'Etude du Pouvoir antiseptique des Essences végétales, *Thèse*, Arnaud, éditeur, Grasse, 1942.

22 — Azaloux A. — Contribution à l'Etude de la Thérapeutique antiseptique par les Essences végétales, *Thèse*, Arnaud, édit., Grasse, 1943.

23 — Cazal R. — Contribution à l'Etude de l'Activité pharmacodynamique de quelques Essences de Labiacées, *Thèse*, Arnaud, édit., Grasse, 1944.

24 — Voir (4), 335-356.

25 — Voir (5), 99.

26 — Lamothe, *La Parfumerie Moderne*, 1912, **5**, 9.

27 — Schimmel, Lavendelöl, Bericht, Avril 1912, 80.

28 — Essential Oil Production in British East Africa. *Perf. Ess. Oil Rec.*, 1917, **8**, 263.

29 — Voir (11), 71.

30 — Abrial et Bruyat. — *Lyon Horticole et Horticulture Nouvelle réunis*, 1931, **5**, 86.

31 — Guenther E. — Lavandin, *Soap*, 1936, **12**, 34.

32 — Glichitch L.S. — Une méthode exacte pour le Dosage du Linalol et des Alcools facilement déshydratables dans les Huiles Essentielles. *Les Parfums de France*, Juillet 1923, 30.

33 — Contribution à la Connaissance des Huiles Essentielles, Chiris, Grasse 1929, 42.

34 — Sabetay S. et Naves Y.R. — Sur un Procédé simplifié et rapide de Dosage des Alcools primaires et de certains Alcools secondaires par phtalisation pyridinée à chaud et une Technique pratique d'identification des Alcools estérifiables sous forme de phtalates acides, *Ann. Chim. Anal.*, 1937, **II**, 285.

35 — Sabetay S. — Sur un Procédé simplifié d'Oximation analytique des Aldéhydes et des Cétones, *Bull. Soc. Chim* 1938, **10**, 1421.

36 — Vandoni et Desseigne. — Dosage volumétrique du Camphre par la Méthode à l'hydroxylamine, *Bull. Soc. Chim.*, 1935, **2**, 1685.

37 — Recherches des fraudes dans les Essences de Lavande, *La Parfumerie Moderne*, 1938, **6**, 213.

38 — Schimmel. — Lavendelöl, *Bericht*, 1939, 47.

39 — Crabalona. — Recherche et Caractérisation du Camphre dans l'Essence de Lavande vraie de France. *Recherches*, 1939, **9**, 30.

40 — Atkins F. — The analytical Examination of Lavender Oil, *Perf. and Ess. Oil Rec.* 1938, **3**, 85.

41 — Naves Y.R. et Angla B. — Contribution à l'Examen analytique des essences de Lavande et de Géranium, *Ann. Chim. Anal.*, 1941, **8**, 4.

42 — Gilly P. et Igolen G. — De la Détermination de la Pureté de l'Essence de Lavande par les Méthodes optiques, *Ann. Chim. Anal.*, Août 1943, 130.

43 — Sabetay S. et Mme Sabetay S. — Sur une Réaction colorée des Sesquiterpènes azulénogènes, *C.R. Ac. Sc*, 1934, **199**, 313. — Chimie et Industrie 1934, N° du Congrès de Bruxelles. — Sur quelques Réactions colorées des Huiles essentielles, des Huiles grasses et des Parfums synthétiques, *Ann. Fals. Fraudes.* N^{os} 331/332, 1936, 402/409.

44 — Ripert J. — Essais d'Analyse des Essences de Lavande et autres. *Ann. Fals. Fraudes*, Juin 1937, **342**, 284.

45 — Voir (41), 203.

46 — *Bull. bimens. Soc. Chim.*, Janvier 1944, **2**, 3.

47 — *Bull. bimens. Soc. Chim.*, Novembre 1943, **13**, 3.

48 — Naves Y.R. — Etudes sur les Matières végétales volatiles. *Helv. Chim. Acta*, vol. XXVI, fasc. sextus, 1993.

49 — Naves Y.R. — *Fette und Seifen*, 1942, **43**, 187.

50 — Sfiras J. et Vanderstreek L. — L'Essence de Lavandin, *Parfumerie*, Nov.-Déc. 1943, **9**, 235.

51 — Igolen G. — Composition de l'Essence de Lavandin, *Bull. Soc. Chim.*, Mai-Juin 1943, **10**, 221.

52 — Igolen G. — Sur quelques nouveaux Constituants de l'Essence de Lavandin, Sept.-Oct. 1943, **10**, 398.

53 — *Bull. bimens. Soc. Chim.* Novembre 1943, **13**, 3.

54 — Benezet L. et Igolen G. — Présence de l'Hexanol normal dans les Essences de Lavande et de Lavandin, *Parfumerie*, Sept.-Oct. 1943, **8**, 208.

55 — Brevet français N° 601935 (de la Société Anton Deppe Söhne et M.F.O. Zeitschel), demandé le 7/8/1925, délivré le 11/12/1925.

56 — Brevet français N° 702154 (de M. A.A. Kaufmann) demandé le 6/8/1930, délivré la 19/1/1931.

57 — Delaby R., et Breugnot Y. — Sur la Détermination rapide de l'Indice d'Acétyle des Corps Gras. *Bull. Sciences Pharm,*. 1932, **9**, 354. — Freed, Wyne, *Ind. Eng. chem. Anal.*, édit. 1936, **8**, 278.

58 — Malone et Reid. — *J. Am. Chem. Soc.*, 1929, **51**, 3426. — Bryant, Optical Properties of some derivatives of lower aliphatic alcohols and aldehyds. *J. Am. Chem. Soc.*, 1932, **54**, 3758.

59 — Bougault G. et Leboucq G. — Sur un nouveau Mode de Préparation des Ethers et Amides allophaniques. *Bull. Soc. Chim.*, 1930, **47**, 594.

60 — Franchimont et Zincke. — *Ann. Chem.*, 1872, **163**, 193.

61 — Moslinger. — *Ann. Chem.*, **185**, 41.

62 — Faget. — *Ann. Chem.*, **88**, 325.

63 — Bohnsack H. — Beitrag zur Kenntnis der ätherischen Öle, *Ber. d. Chem. Gesells.*, Juin 1943, 569.

64 — Benezet L. — Contribution à l'Etude de l'Essence de Lavande. *Parfumerie*, Juin 1943, **6**, 153/157.

65 — Bohnsack H. — Beitrag zur Kenntnis des Geraniumöls-Réunion, *Ber. d. chem. Gesells.* Septembre 1941, 1582.

66 — Bohnsack H. — Zur Kenntnis der ätherischen Öle. *Ber. d. chem. Gesells.* Janvier 1942, 74.

67 — Naves Y.R. — Etudes sur les matières végétales volatiles. *Helv. chim. Acta*, vol. XXVI, fasc. quartus, 1034/1036.

68 — Radcliffe L.G. et Chadderton E. — Geraniol and its quantitative determination, *Perf. Ess. Oil Rec.*, 1926, **26**, 350. — Glichitch L. S. et Naves Y.R. Sur l'Evaluation de la Teneur en Alcools primaires des huiles essentielles par phtalisation analytique, *Parfums de France*, 1933, **II**, 210, 235.

69 — Radcliffe L.G. et Chadderton E. — Voir (68), 352.

70 — Voir (27), 101.

71 — Naves Y.R. — Etudes sur les Matières végétales volatiles. *Helv. Chim. Acta*, vol. XXVI, fasc. primus, 169.

72 — Gildemeister E. — *Arch. Pharmaz.*, 1895, **233**, 179.

73 — Voir (34), 285.

74 — Gildemeister E. et Hoffmann Fr. — *Die ätherischen Öle*, 3e édit., 3e partie, 1931, 676.

75 — Schintz H. et Seidel C.F. — Zur Kenntnis des Lavendelöls, *Helv. Chim. Acta*, vol. XXV, fasc. septimus, 1572.

76 — Jacobsen. — *Liebigs Ann.*, 1871, **157**, 234.

77 — Bertram et Gildemeister. — *J. prakt. Chem.*, 1896, II, **53**, 233. — 1897, **56**, 507.

78 — Gutman Moses and Reid E. — Para-halogen-phenacyl Esters of the normal fatty acids, *J. Am. chem. Soc.*, 1932, **54**, 2101. — Powell S.G. — Some new p-bromophenacyl esters. *J. Am. chem. Soc.*, 1931, **53**, 1172.

79 — Schimmel. — Lavendelöl, *Bericht*, 1913, 80.

80 — Girard A. et Sandulesco G. — Sur une nouvelle Série de Réactifs du Groupe Carbonyle, leur utilisation à l'extraction des substances cétoniques et à la caractérisation microchimique des aldéhydes et cétones, *Helv. Chim. Acta*, vol., XIX, fasc. quintus, 1095/1107.

81 — Mouton M. — Application de la 2,4-dinitrophénylhydrazine à l'essai de quelques préparations galéniques, *Thèse*, Jouve et C^ie^, édit., 15, rue Racine, Paris, 1938.

82 — Schimmel. — Lavendelöl, *Bericht*, 1903, **I**, 41, et 1903, **II**, 44.

83 — Voir (67), 1035.

84 — Pien, Baisse et Martin. — Contribution à l'étude du diacétyle, *Ann. Fals. Fraudes*, Avril 1936, **29**, 204.

85 — Vizern et Guillot. — Recherche du diacétyle dans les matières grasses bonifiées par des aromes de beurre, *Ann. Fals. Fraudes*, Sept.-Oct. 1932, **25**, 459.

86 — Voir (64).

87 — Baeyer et Villiger. — Über die basischen Eigenschaften des Sauerstoffes, *Berl. Ber.* 1902, **35**, 1209.

88 — Bourdeau M. — Dosage du Cinéol dans les essences, *Thèse*, Jouve et C^ie^, édit., Paris, 1937.

89 — Schimmel, — Lavendelöl, *Bericht*, Octobre 1893, 25.

90 — Gildemeister E. et Hoffmann Fr. — Les Huiles Essentielles, 2^e^ édit., **III**, 482.

91 — Wallach. — *Liebigs Ann.*, 1888, **245**, 251. — 1889, **253**, 251.

92 — Schimmel. — Lavendelöl, *Bericht*, Avril 1888, 18.

93 — Benezet L. et Igolen G. — Communication Soc. Chim. France, Sect. de Marseille, 13 Mai 1944.

94 — Voir (64).

95 — Voir (64).

96 — Baumann. — Über eine einfache Methode der Darstellung von Benzoësäureäthern., *Ber.*, 1886, **19**, 3218.

97 — Bost and Nicholson. — The identification of phenols with 2,4-dinitrochlorobenzène, *J. Am. chem. Soc.* 1935, **57**, 2368.

98 — Sabetay S., Igolen G. et Palfray L. — Le Parfum des fleurs de Tabac ; Considérations sur le rôle de l'Eugénol dans la fleur. *C.R.* 1941, **211**, 805. — *Revue Chim. Industrielle*, 1941, **50**, 49.

99 — Voir (64), 155.

100 — Schimmel. — Lavendelöl, *Bull. Sem.*, Oct. 1900, 43. — Avr. 1903, 52.

101 — Voir (74), 659.

102 — Seidel C.F., Schintz H. et Muller P.H. — Zur Kenntnis des Lavendelöls, *Helv. Chim. Acta*, vol. XXVII, fasc. tertius, 745.

103 — Charabot E. et Gatin C.L. — Le Parfum chez la Plante, 1908, 284.

Table des Matières

Pages

INTRODUCTION 13

Ire Partie.

ETUDE BOTANIQUE DU LAVANDIN. 15

Le genre Lavandula 17
Historique du Lavandin 18
Caractères morphologiques 21
Hybridation expérimentale 22

IIe Partie.

PRODUCTION DE L'ESSENCE DE LAVANDIN 27

Historique 29
Culture : *a*) La pépinière. 30
b) La plantation 30
c) L'entretien 32
d) Les maladies 32
e) L'habitat 32
Récolte 32
Distillation 34
Production 38
Prix 39
Usages 40

IIIe Partie.

CONSTANTES ANALYTIQUES DE L'ESSENCE DE LAVANDIN. 43

Historique 45
Constantes extrêmes 46
Constantes normales 47
Particularités des constantes normales 48

IVe Partie.

COMPOSITION CHIMIQUE DE L'ESSENCE DE LAVANDIN ... 55

Historique 57
Alcools libres 58
Esters 67
Cétones 74
Oxydes 78
Hydrocarbures 78
Aldéhydes 80
Phénols 82
Lactones 83
Acides libres 84

Pages

V^e^ Partie.

EVOLUTION DE L'ESSENCE AU COURS DE L'EVOLUTION FLORALE 87

Avant-Propos 89
Variation du rendement 89
Evolution des constantes physiques 90
Evolution des constantes chimiques 93
Evolution olfactive 93
Conclusions 101

VI^e^ Partie.

CONCLUSIONS 103

BIBLIOGRAPHIE 109

Table des Figures et Illustrations

Pages

Fig. I. — Un beau plant de Lavandin 23

Fig. II, — N° 1. Lavande vraie (*Lavandula vera* D.C.) 25
N° 2. Lavandin (à épis longs) 25
N° 3. Lavandin (à épis courts) 25
N° 4. Aspic (*Lavandula latifolia* Wild.) 25
N° 5. Lavandin (Anomalie de l'inflorescence : Fleurs pédicellées). 25

Fig. III. — *a*) Une plantation de trois ans 31
b) Une plantation de cinq ans 33
c) Un beau champ de Lavandin à Puberclaire (Basses-Alpes) .. 35
d) Lavandin en hiver, Moustiers-Sainte-Marie (Basses-Alpes) ... 37

Fig. IV 41

Fig. V 53

Fig. VI 91

Fig. VII 95

Fig. VIII 96

Fig. IX 97

Fig. X 99

Fig. XI 100

Vu et approuvé :
Marseille, le 16 Juin 1944.

Le Doyen
de la Faculté de Sciences
de Marseille,
Georges CORROY.

Vu et permis d'imprimer :
Aix-en-Provence, le 30 Juin 1944.
Le Recteur,
P. E. GAU

Visa Censure : N° 2137-A.M.-7
21 Juillet 1944.

Imp. B. Arnaud, Grasse — 30.0235